

MFKI '77

ÉVKÖNYV



MAGYAR TUDOMÁNYOS AKADEÉMIA

MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETE



Az évkönyv összeállítása végén kaptuk meg a szomorú hírt, hogy

SZIGETI GYÖRGYÖT

a halál véglegesen elválasztotta szeretett Intézetétől. Dr. Szigeti György, aki az elektrolumineszcens fényforrások, valamint a félvezetők kutatása terén ért el kimagasló eredményeket, mind a hazai, mind a nemzetközi műszaki tudomány elismert egyénisége volt. Tudományos és tudányszervező munkásságát a számos kitüntetés, hazai és külföldi tisztség elnyerése fémjelzi.

A Magyar Tudományos Akadémia rendes tagja, főtitkárhelyettese és elnökségi tagja, Kossuth-díjas gépészmérnök, a Magyar Népköztársaság Zászlórendje kitüntetés, a Népköztársasági Érdemrend és a Munka Érdemrend aranyfokozatának tulajdonosa, az Indiai Tudományos Akadémia /Bangalore/ tiszteletbeli tagja, az Európai Fizikai Társulat tiszteletbeli tagja és alelnöke, az Angol Fizikai Társaság tagja, a Nemzetközi Világítástechnikai, valamint Nemzetközi Vákuumtechnikai szervezet vezetőségi tagja és a Magyar Nemzeti Bizottságainak elnöke, a Műszaki Fizikai Kutató Intézet alapító igazgatója, a Vákuumtechnikai és Elektronikus Eszközök akadémiai bizottságának elnöke, az Eötvös Lóránd Fizikai Társulat tiszteletbeli elnöke és több más tudományos testület tagja, illetve elnöke volt.

Intézetünk dolgozói mélyen megrendülve kísérték utolsó útjára volt igazgatójukat. Tisztelettel emlékezve a fiatal kutatónemzedék körében végzett nevelőmunkájára, segítő emberségére, igyekezni fogunk szellemi hagyatékát megőrizni, gondozni és az általa megindított tudományos kutatásokat jó munkával továbbfolytatni.

Kiadja az MTA MŰSZAKI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZETE

OLVASOTTERMI PÉLDANY

Felelős kiadó:

NAGY ELEMÉR igazgató

Felelős szerkesztő:

SEBESTYÉN TIBOR

KÖZPONTI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZET KÖNYVTÁRA

leltárba véve 55.252 sz. alatt.

Budapest, 1979. év április hó 28. n

1988

2014

Lektor: 2015

BODÓ ZALÁN

A szerkesztésben részt vett:

DOBOS LÁSZLÓ

STAUD MÁRTA

TIHANYINÉ KOLTAI GABRIELLA

A technikai munkákban részt vett:

BARTH VILMOSNÉ

LAJOS TAMÁSNÉ

OLÁH ANTAL

Engedélyszám: 51360

Készült: 1000 példányban

7810143 MTA KESZ Sokszorosító

Felelős vezető: dr Héczey Lászlóné

T A R T A L O M J E G Y Z É K

ELŐSZÓ.....	11
AZ INTÉZET SZERVEZETI FELÉPÍTÉSE.....	15
F É M K U T A T Á S I F Ő O S Z T Á L Y	
A FÉMKUTATÁSI FŐOSZTÁLY TEVÉKENYSÉGÉRŐL.....	17
Bartha L.	
ACÉLLEMEZEK FESZÜLTSGÉGI ÁLLAPOTÁNAK MEGHATÁROZÁSA	
MÁGNESES FESZÜLTSGÉDETEKTORRAL.....	23
Gaál I., Gráner J., Hauszner E., Ivanov P., Major J., Zsámbók D.	
AZ ACÉLOLVADÉKBAN OLDOTT OXIGÉN KONCENTRÁCIÓJÁNAK	
MEGHATÁROZÁSA ELEKTROMOTOROS ERŐ MÉRÉSÉVEL.....	26
Bartha L., Major J., Salamon A.	
DTA BERENDEZÉSEK FEJLESZTÉSE.....	28
Bartha L., Hajdu J., Horváth B., Kertész J., Lénárt Cs., Nagy E., Németh K., Németh T.	
WOLFRAMHUZALOK CSAVARÁSOS VIZSGÁLATA.....	31
Gaál I., Szőkefalvi-Nagy Á.	
WOLFRAM-OXIGÉN RENDSZER VIZSGÁLATA.....	32
Gaál I., Kele A., Major J., Uray L.	
SZEMCSEHATÁROK ELEKTROMOS ELLENÁLLÁSA WOLFRAMBAN.....	34
Barna Á., Gaál I., Geszti-Herkner O., Neugebauer J., Radnóczy Gy., Uray L., Vicsek T.	
MÁSODIK FÁZISOK TÉRFOGATVÁLTOZÁSÁNAK VIZSGÁLATA	
DILATOMÉTERREL.....	36
Gaál I., Harmat P., Major J.	
ILLÉKONY ÖTVÖZETEK TÖBBLET Ellenállásának	
HŐMÉRSÉKLETFÜGGÉSE.....	38
Uray L., Vicsek T.	

A TERMÍKUS AKTIVÁLT PLASZTIKUS DEFORMÁCIÓ VIZSGÁLATA.....	40
Nagy T.A.	
MAGASOLVADÁSPONTU FÉMEK ALAKÍTÁSI TÖRÉSEIRŐL.....	42
Bartha L., Groh R., Varga L.	
ÜREGNÖVEKEDÉS ÉS MAGASHŐMÉRSÉKLETŰ CREEP-SZAKADÁS.....	45
Horacsek O., Horacsek Oné.	
WOLFRAMRUDAK RONCSOLÁSMENTES VIZSGÁLATA ÖRVÉNY- ÁRAMOKKAL.....	47
Gaál I., Major J., Skopál I.	
FOLYADÉKFÁZISU SZINTERELÉS FOLYAMATAINAK TANULMÁNYOZÁSA AUTORADIOGRÁFIAI MÓDSZEREKKEL.....	49
Kozma L., W.J. Huppmann	
OXIDZÁRVÁNYOK EREDETÉNEK KUTATÁSA FOLYAMATOSAN ÖNTÖTT ACÉLBAN.....	51
Salamon A.	
AUTOMATIKUS MIKRODENZITOMÉTER SZINKÉPELEMZÉSI ÉS RADIOGRÁFIAI CÉLOKRA.....	53
Kozma L.	
APW TERMÍKUS BONTÁSI TERMÉKEINEK VIZSGÁLATA.....	55
Bartha L., Millner T., Németh T.	
AMMÓNIUMPARAWOLFRAMÁT /APW/ ÉS WOLFRAMOXIDOK TERMÍKUS BOMLÁSÁNAK ÉS REDUKCIÓJÁNAK TÖMEGSPEKTROMETRIÁS VIZSGÁLATÁRÓL.....	57
Gerey Gy., Szigeti Gy.	
AMMÓNIUM-METAWOLFRAMÁTOK ELŐÁLLÍTÁSA ÉS TERMÍKUS BOMLÁSÁNAK VIZSGÁLATA.....	61
Benes E., Grósz T., Farkasné Jahnke M., Vadasdi K.	
KÁLIUMWOLFRAMÁTOK ÉS KÁLIUM-WOLFRAMBRONZOK RÖNTGEN- DIFFRAKCIOS SZERKEZETVIZSGÁLATA.....	63
Klug A.	
FÉM WOLFRAM ÉS WOLFRAMVEGYÜLETEK ADALÉKANYAGAINAK ÉS NYOMSZENNYEZÉSEINEK ANALITIKÁJA.....	65
Tekuláné Buxbaum P.	
AMMÓNIUM-MOLIBDÁT ÉS AMMÓNIUM-WOLFRAMÁTOK SZENNYEZÉ- SEINEK ELTÁVOLÍTÁSA.....	66
Bartha L., Vadasdi K.	
KÉKÓXID MINTÁK NITRÓGÉN TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA.....	67
Salamon A.	

EGYENSÜLYI RENDSZEREK KÉMIAI MODELLJÉNEK KÖZVETLEN MEGHATÁROZÁSA.....	68
Vadasdi K.	
HALOGÉNláMPÁK ELMÉLETE.....	70
Geszti T., Vicsek T.	
EGY UJABB KAPCSOLAT A FOLYADÉKOK PÁRKORRELÁCIÓS FÜGGVÉNYE ÉS A TERMODINAMIKA KÖZÖTT.....	71
Demendy Z.	
ATOMI MOZGÁSOK FOLYÉKONY FÉMEKBEN.....	73
Geszti T., Kertész J.	

F É L V E Z E T Ő F Ő O S Z T Á L Y

A FÉLVEZETŐ FŐOSZTÁLY TEVÉKENYSÉGÉRŐL.....	75
Lendvay Ö.	
KONTAKTUSKUTATÁSOK GaAs GUNN-SZERKEZETEKBE.....	80
Andrási Ané., Barna Á., Barna B.P., Beleznay F., Gergely Gy., Görög T., Gutai L., Lendvay Ö., Mojzes I., Nádor Csné, Pödör B., Püspöki Sné., Radácsi Jné., Rónainé Pfeifer J., Sebestyén T., Stark Gy., Szentpáli B., Szép I., Szigethy D., Tánczos Z.	
GaAs ALAPU SCHOTTKY-DIÓDÁK KUTATÁSA.....	90
Andrási Ané., Görög T., Mojzes I., Sebestyén T., Szentpáli B., Tánczos Z.	
MÉLYNIVÓ SPEKTROSKÓPIA A ^{III} B ^V ANYAGOKBAN.....	96
Ferenczi Gy., Kiss J., Somogyi M., Szentpáli B., Temesvári T.	
VILÁGÍTÓ DIÓDÁK FEJLESZTÉSE.....	100
Cseh I., Csontos Zné., Ferenczi Gy., Görög T., Kovács P., Lendvay Ö., Pödör B., Radácsi Jné., Rónainé Pfeifer J., Somogyi K.	
OPTOELEKTRONIKAI CÉLU FÉLVEZETŐ ALAPANYAGOK TULAJDONSÁGAINAK VIZSGÁLATA.....	103
Somogyi K.	
AZ MNOS TIPUSU MEMÓRIÁK KUTATÁSA.....	106
Andrási Ané., Biró S., Cseh I., Horváth Zs., Lőrinczy A., Németh Tné., Stubnya Gy., Szabó R., Szép I., Tóth A., Tüttő P.	

TÖLTÉSCSATOLÁSU ESZKÖZÖK /CCD/ VIZSGÁLATA.....	111
Andrási Ané., Biró S., Cseh I., Forgács G., Lőrinczy A., Németh Tné., Selmeczy J., Szép I., Tóth A., Tüttő P.	
FAMOS ELVÜ MEMÓRIÁK KUTATÁSA.....	113
Balázs J., Lőrinczy A., Ponomarenko J., Tóth A., Tüttő P.	
NAGYTERÜ TRANSPORTJELENSÉGEK FÉLVEZETŐKBEN.....	114
Beleznay F., Serényi M.	
AKUSZTIKUS FELÜLETI HULLÁMU ESZKÖZÖK KUTATÁSA.....	115
Andrási Ané., Beleznay F., Püspöki S., Serényi M.	

S Z E R K E Z E T K U T A T Á S I F Ő O S Z T Á L Y

SZERKEZETKUTATÁSI FŐOSZTÁLY BELSŐ ÉS KÜLSŐ KAPCSOLATAI...	119
Zsoldos L.	
VÉKONY MINTÁK KVANTITATIV MIKROANALIZISE RÖNTGEN- SPEKTROMÉTERREL FELSZERELT TRANZMISSZIÓS ELEKTRON- MIKROSZKÓPBAN.....	123
Barna Á., N.P. Iljin., Pozsgai I., Stark Gy.	
RÁCSHIBÁK RÖNTGENTOPOGRÁFIÁS VIZSGÁLATA.....	127
Kardos Sné., Vértessy A., Pál E., Zsoldos L.	
PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSZKÓP - ELEKTRONSUGARAS MIKROANALIZÁTOR /PEM - EMA/.....	132
Lábár J., Pozsgai I., Tóth A., Vladár A.	
VÉKONYRÉTEG-TECHNOLÓGIÁK FIZIKAI FOLYAMATAINAK VIZSGÁLATA.....	137
Barna Á., Barna B.P., Csanády Ané., Radnóczy Gy., Tisza S., Tóth L.	
AMORF VÉKONYRÉTEGEK VIZSGÁLATA.....	142
Barna Á., Barna B.P., A. Dévényi., Radnóczy Gy., H. Sugawara., P. Thomas.	
TÖMEGSPEKTROMÉTERES VIZSGÁLATOK A FÉLVEZETŐ TECHNOLÓGIA KAPCSÁN.....	149
Gergely Gy., Szigethy D., Mojzes I., Sebestyén T.	
AUGER-ELEKTRONSPEKTROSKÓPIA.....	151
Gergely Gy., Menyhárd M.	
A $Pb_{224}Bi_{240}^{38}$ SZERKEZETÉNEK VIZSGÁLATA.....	155
Gács P., Farkasné Jahnke M., Szép I., Vadasdi K.	

SZILÁRDTESTEK FELÜLETE ÉS AZOK VIZSGÁLATI MÓDSZEREI.....	157
Bodó Z., Gergely Gy.	

OPTIKAI ELEKTRONIKAI FŐOSZTÁLY

ÁTTEKINTÉS AZ OPTIKAI ELEKTRONIKAI FŐOSZTÁLY KAPCSOLATAIRÓL.....	159
Schanda J.	

SZILÁRDTEST OPTIKAI KUTATÁSOK.....	163
Andor L., Aszódi G., Barta E., Gál M., Hoffmann Gy., Markó I., Peisner J., Sviszt P.	

FOTOMETRIAI KUTATÁSOK.....	173
Czibula Gy., Kántor K., Lux Gy., Pálmai É., Schanda J., Tóth B., Urhegyi Kné.	

ELEKTRONIKAI KUTATÁSOK.....	186
Borody H., Brósz R., Eppeldauer Gy., Gráner J., Lánc J., Németh K.	

AZ ALACSONYHŐMÉRSEKLETŰ MÉRÉSEK LABORATÓRIUMÁNAK TEVÉKENYSÉGÉRŐL.....	195
Kapitány P.	

A KISÉRLETI ESZKÖZGYÁRTÓ OSZTÁLY MUNKÁJÁRÓL.....	196
Reisinger Gy.	

E L Ő S Z Ó

Az Intézetünknek ez az első évkönyve. Rögtön kérdezhetenénk: eddig miért nem és most miért adunk ki évkönyvet? Az első kérdés egy kissé zavarba ejtő, hiszen az Intézetünk már 20 éves és elég nagy is /az összlétszáma mintegy 350 fő, az egyetemet végzett 110 fő közül 2 akadémikus, 2 a tudományok doktora és 22 kandidátus/. A válasz az, hogy más jellegű kiadványaink voltak, pl. az Intézet 10 éves fennállása alkalmából kiadott válogatott bibliográfia és a jubileumi tudományos ülésszak előadásainak a kivonatai. 1972-ben kiadtunk egy teljes bibliográfiát az Intézet dolgozóinak a közleményeiről, 1975-ben pedig egy kiegészítő bibliográfiát. 1968 és 1975 között 17 kötetben eredeti, 4 kötetben pedig szemlecióket jelentettünk meg. Ezenkívül csak két könyvet jelentettünk meg: az egyik /1967-ben/ Winter Ernő akadémikus, a másik /1969-ben/ pedig Millner Tivadar akadémikus munkásságát, életművét ismertette.

Visszatérve az első kérdésre, azt is válaszolhatjuk, hogy az Intézet régebbi, viszonylagos tematikai zártsága, az iparvállalatokkal, a tudományos intézetekkel és egyetemekkel való széleskörű és szerteágazó kapcsolatainak a hiánya miatt nem merült fel égetően annak a szükségessége, hogy az Intézet tevékenységéről, témáiról és módszereiről részletesen információt nyujtsunk. Az Intézetben folyó kutatás jellegének megváltozása miatt viszont 1975 óta a régi típusú ismertetések, vagyis az eredeti és szemlecióket tartalmazó kötetek kiadását beszüntettük és így néhány évig az Intézet tevékenységéről általános ismertetés nem jelent meg. Ezt vettük figyelembe, amikor úgy döntöttünk, hogy ez az első évkönyv 1975-ig visszatekintve leírja az 1977-ben folytatott tevékenység előzményeit is. A teljesség kedvéért több esetben hivatkoztunk olyan publikációinkra is, amelyek az 1977. évi tevékenységhez kapcsolódnak, de csak 1978-ban jelentek meg, vagy került sor a megírásukra.

A második kérdés, most miért adunk ki évkönyvet, válassza egyszerűen az, hogy az Intézetben folyó kutatómunka jellege lényegében változott meg. Amint a tudománypolitikai irányelvekben is kifejezésre jutott, hazánkban erősíteni kell a tudomány és gyakorlat, a kutatás és termelés összhangját. Ennek megfelelően az Intézet az utóbbi években egyre inkább a népgazdaság egyes, aktuális termelési és fejlesztési feladatainak a megoldásához kíván hozzájárulni. Sok gyárral lett munkakapcsolatunk: együttműködési, fejlesztési vagy kutatási szerződésünk. A wolfram teljes feldolgozásának problémáit vizsgáljuk az Egyesült Izzó számára; a finomlemez hengerlésekor fellépő feszültségek mérésére szolgáló berendezést dolgoztunk ki és helyeztünk üzembe a Dunai Vasművel együtt; az olvadt acélban oldott oxigén koncentrációjának meghatározására szolgáló, gyors mérési módszert honosítottunk meg a konverteres acélgyártáshoz; infravörösben sugárzó félvezető diódákat fejlesztünk ki a Medicor számára a vér oxigéntartalmának fájdalommentes meghatározásához; mikrohullámú félvezető eszközöket állítunk elő a KGM számára a sokcsatornás információátvitel /telefon, TV, táviró stb./ kifejlesztését szolgáló programhoz. Ezek a példák csak annak szemléltetésére szolgálnak, hogy a kutatási tevékenységünk valóban kapcsolódik a népgazdaság és egyes gyárak aktuális termelési és fejlesztési feladataihoz. A fenti példák azt is szemléltetik, hogy nemcsak alapkutatással és a saját eredményeinknek a gyakorlati hasznosításával, továbbfejlesztésével foglalkozunk, hanem külföldi műszaki-tudományos eredmények honosításában, adaptálásában és hazai továbbfejlesztésében is közreműködünk.

Vannak viszont olyan saját eredményeink is, amelyek hazai alkalmazása nem illeszkedik bele az ipari vállalatok elképzeléseibe és a programjába. Ilyen esetben nem is tudjuk, nem is akarjuk a kutatási eredményeinket ráerőszakolni olyan vállalatokra, ahol az alkalmazási készség, illetve a fogadóképesség nem áll fenn. Hiszen tudatában vagyunk annak,

hogy egy vállalat termelését és fejlődését megzavarhatná egy olyan tudományos eredmény kieroőszakolt alkalmazása, amely önmagában talán nagyon szép és érdekes, azonban az adott vállalatnál nem segíti elő a soronkövetkező feladatok megoldását és ezért a vállalat jogosan támaszt nehézségeket a kutatási eredmény alkalmazásával szemben. Eklatáns példa erre a félvezető világító diódák fejlesztése. Saját erőforrásaink felhasználásával éveken át kutatási-fejlesztési tevékenységet folytattunk e téren, abban a reményben, hogy ezzel majd a hazai tömeggyártást készítjük elő. A kutatásaink eredmények voltak, de a népgazdasági tervekbe végül is a világító diódák hazai tömeggyártása nem került bele, mivel ezeket a KGST szakosítás alapján főleg a SZU az NDK és az LNK állítja majd elő. Az NDK illetékes nagyvállalata /a Werk für Fernseh-elektronik/ viszont örömmel fogadta a velünk való együttműködés lehetőségét, és így jött létre a maga nemében egyedülálló gyártási-fejlesztési kooperáció egy NDK-beli nagyvállalat és egy magyar akadémiai kutatóintézet között.

A mikrohullámú félvezető eszközök honosítása, fejlesztése viszont azért jelentős, mert a népgazdaság egyes, soronkövetkező feladatainak a megoldásában nélkülözhetetlenek, de a külföldről való beszerzésük - elsősorban politikai okok miatt - biztonsággal nem lehetséges.

A kutatási-fejlesztési társulásokban a résztvevők közösen dolgozzák ki azt a kutatási-fejlesztési stratégiát, amely a résztvevő partnerek mindegyikénél optimálisan segíti elő a soronkövetkező feladatok megoldását, ezért az első ilyen típusu társuláshoz szívesen csatlakoztunk és a jövőben is keresni fogjuk az adott gazdasági célok megoldására alakuló társulások megalakítása és a bennük való részvétel lehetőségeit.

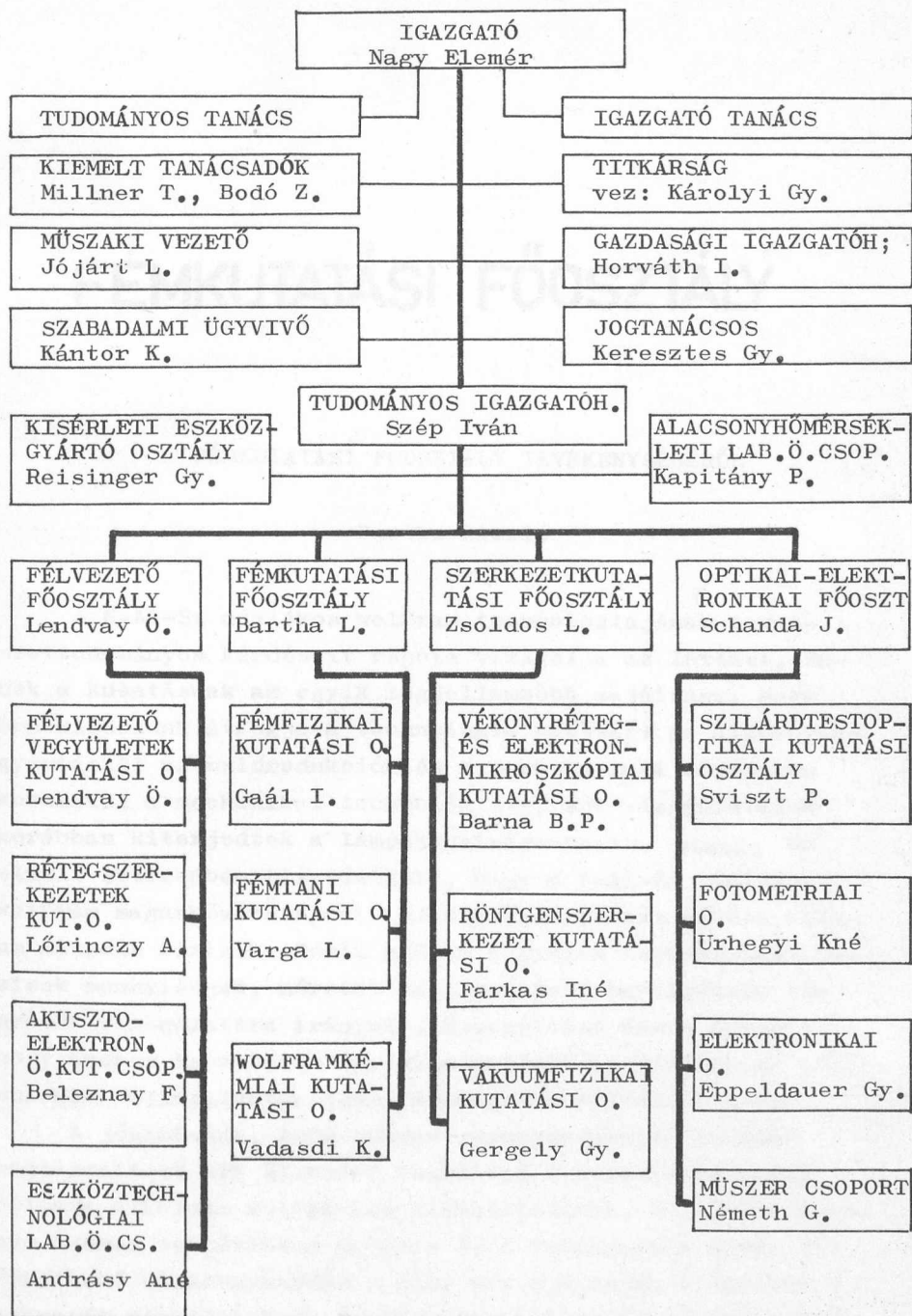
Ezek előrebocsátása után most már jól megválaszolhatjuk azt a kérdést, hogy most /és a jövőben/ miért adunk ki évkönyvet.

Az évkönyv kiadását az Intézet rendkívül szerteágazó műszaki-tudományos kapcsolatai tették szükségessé. E kiad-

vánnyal egyrészt a saját intézetünk, másrészt az Intézettel kooperáló gyárak és intézmények dolgozói számára kívánunk rendszeres és részletes információkat szolgáltatni az Intézet tevékenységéről, témáiról, kutatási eszközeiről, módszereiről stb. Az évkönyvben lévő információk elősegíthetik a jobb együttműködést az Intézet belső és külső kapcsolataiban.

Az évkönyv egyes cikkei általában nem eredeti publikációk, hanem szerzőnként körülbelül azonos terjedelműnek szánt ismertetések. A témával foglalkozó munkatársak nevét betűrendben szerepeltetjük. Az egyes kutatók munkájának részletes ismertetése a hivatkozott publikációkban található. Az évkönyv anyaga rövidített formában angol nyelven is megjelenik.

Magy Meni



FÉMKUTATÁSI FŐOSZTÁLY

FÉMKUTATÁSI FŐOSZTÁLY TEVÉKENYSÉGÉRŐL

Bartha László

A K-Al-Si adalékos wolfram technológiájának természetudományos kérdéseit régóta vizsgálja az Intézet. Ennek a kutatásnak az egyik legjellemzőbb sajátása, hogy érdeklődésünk átfogja a technológia egészét: az alapanyaggyártástól az oxidredukción és a porkohászati lépéseken keresztül a mechanikai technológiáig, sőt vizsgálataink korábban kiterjedtek a lámpasajátságokra is. Miután az elmúlt évtizedben tisztázódott, hogy a K-Al-Si adalékos wolfram magashőmérsékleti alaktartóságát kis méretű kálium második fázisok idézik elő, a figyelem ezen második fázisok mennyiségét, méretét és eloszlását befolyásoló tényezők vizsgálatára irányult. Bizonyítást nyert ugyanis, hogy azonos összkálium tartalom mellett az izzólámpa-spirálok melegalaktartósága lényegesen különböző lehet.

A jóminőségű, természetes szennyezésektől kellően megtisztított APW alapvető feltétele a híradástechnikai célokra alkalmas wolframfém előállításának. Az elmúlt években számos természetes eredetű és a technológia során bekövetkező elszennyeződés - mint pl. S, P, As, Mo - hatását és szerepét vizsgáltuk, és foglalkoztunk bizonyos szennyezők



/pl. Mo/ APW-ből történő ipari mértékű eltávolításával.

Hasonlóképpen foglalkoztunk és eljárást dolgoztunk ki magkimaró savakból regenerált APMo alapanyag wolfram-tól történő tisztítására.

A K-Al-Si adalékolás alapkérdéseit illetően elsősorban a gyártási alapanyagul szolgáló kénoxid képződését és sajátságait vizsgáltuk az adalékanyagokkal való kölcsönhatásuk szempontjából. A kénoxid wolframbronz jellegű komponenseinek kiemelkedő szerepét ismertük fel. Lényegesnek tartjuk az oxidredukció mechanizmusával kapcsolatos ismeretek bővítését.

A préselés és a szinterelés természettudományi kérdéseivel mélyebben az elmúlt években kezdtünk foglalkozni. Itt elsősorban a szinterelés alapjelenségeinek, főként az anyagtranszport folyamatoknak, valamint az idegen anyagok és az atmoszféra hatásainak kérdéseit vizsgáljuk.

A mechanikai technológiának természettudományos szempontból ma is nyitott kérdése az alakított wolframhuzalok repedékenysége. Annak ellenére, hogy ebben a jelenségben az oxidok és karbidok lényeges szerepét senki sem tagadja, viszonylag kevés megbízható adatunk van a W-O-C rendszerről. Ezért indítottunk olyan vizsgálatokat, amelyek egyrészt alapvető adatokat kívántak adni a W-O rendszer-ről, másrészt pedig a repedékenység és a technológiai paraméterek közötti kapcsolatot közvetlenül vizsgálták. /Ezekhez a vizsgálatokhoz csatlakozott a Mo-C-O rendszer vizsgálata, mivel az alakított molibdén repedékenysége sok hasonló vonást mutat az alakított wolframéval./

Behatóan foglalkoztunk a K-buborékok szemcseszerkezet stabilizáló szerepével, keletkezési és mozgási feltételeivel.

Az elmúlt időszakban a fémtani kutatások főosztályunkon egy új témakörrel bővültek. Ez az acél gyártástechnológiájának egyes pontjain az automatikus szabályozást elősegítő érzékelő rendszerek kidolgozása, illetve bevezetése. Ezen a területen egyrészt az acélolvadékok

oldott oxigén aktivitását mérő szilárd-elektrolitcellák hazai kipróbálását, másrészt pedig a hidegen hengerelt lemezek hullámosságát előidéző belső feszültség mágneses elven alapuló hengerlés közbeni mérését tarthatjuk számon első eredményekként.

Hagyományosan nagy jelentőséget tulajdonítunk annak, hogy kutatási tevékenységünket ipari partnereink technológiai kérdéseivel összhangba hozzuk, s eredményeinkkel azok megoldását segítsük elő. Munkánk szorosan összefügg az EIVRT wolframgyártásával, valamint a Dunai Vasmű acélgyártásával. Együttműködünk továbbá a Csepel Vas- és Fémművel a molibdén gyártástechnológia néhány kérdésében.

Fontosnak tartjuk kutatóink oktatótevékenységét az ELTE, a KLTE és a BME különböző szakain mind saját továbbképzésünk, mind káderutánpótlásunk szempontjából.

Kapcsolataink hazai vállalatokkal:

EIVRT	Wolframgyártás technológiája
Dunai Vasmű	Mérés és automatizálás az acéliparban
Csepel Vas- és Fémmű	A molibdéngyártás speciális kérdései
HIKI	Nagy tisztaságú vizek analitikája

Eredményes együttműködést folytatunk az alábbi hazai és külföldi intézményekkel:

KFKI	Aktivációs analitikai módszerek fejlesztése
KLTE Fizikai-Kémiai Tanszék	Felületi jelenségek vizsgálata W és Mo oxidokon
Zentralinstitut für Isotopen- und Strahlenforschung der DAW	Autoradiográfias módszerek fejlesztése
MPI für Metallforschung	1/ Az aktivált szinterelés mechanizmusának vizsgálata 2/ A rideg-képlékeny átmenet hőmérsékletfüggésének értelmezése W-on és Mo-en.

Intézetünk fémkutatása erőit a következő években elsősorban a porkohászat alapjelenségeinek kutatása, s az ehhez csatlakozó technológiai kérdések megoldása, valamint a hazai acéliparban felmerülő mérés technikai igények kielégítése irányában kívánja koncentrálni.

1977. évi közlemények:

- W. Schommers, T. Geszti: Comment on "Fokker-Planck equations for simple non-Markovian systems"
J. Chem. Phys. 66 /1977/ 2767-2768.
- T. Geszti, J. Kertész: "Modified Alder-Wainwright model for the velocity autocorrelation function"
Inst. Phys. Conf. Ser. No 30 /1977/ 593-598
- D. Beke, T. Geszti, G. Erdélyi: "Connection Between the Preexponential Factor and the Activation Enthalpy for Self- and Impurity Diffusion"
Z. Metallkunde 68 /1977/ 444-447
- Z. Demendi: "On the Classes of Integral Equations Non-derivable by Graph Theory Means: an Improved Molecular Theory for Classical Liquids in Equilibrium"
Physica 86A /1977/ 587-600
- O. Horáček, L. Bartha: "Hohlraumbildung in dotierten Wolframdrähten"
Planseeberichte 25 /1977/ 157-167
- A. Szőkefalvi-Nagy: "Electrical Resistivity of Cyclically Deformed Tungsten"
Scripta Met. 11 /1977/ 335-337

- T. Szalay, L. Bartha, T. Németh, J. Lengyel: "Heterogeneous Ion-Exchange Reactions on Non-Stoichiometric Tungsten Oxide in Aqueous Media" Reactivity of Solids, Plenum Press /1977/ 449-456
- P. Tekula-Buxbaum: "Determination of Small Quantities of Aluminium and Silicon in Tungsten Metal and Tungsten Oxides by Atomic-Absorption Spectrophotometry" Microchimica Acta 1977. I. 145-150
- T. Millner: "Über die Rolle von chemischen Faktoren beim Ziehvorgang dotierter Wolframdrähte" Proc. 9th Plansee Seminar /1977/ N^o 5. 1-10
- A. Barna, I. Gaal, O. Geszti-Herkner, Gy. Radnóczy, L. Uray: "Comments on the Fibre Structure of K-Si-Al Doped Tungsten Wires" Proc. 9th Plansee Seminar /1977/ N^o 9. 1-16.
- A. Kele, M. Menyhard, L. Uray, I. Gaal: "State of Bonding and Distribution of the Impurities in K-Al-Si Doped Tungsten" Proc. 9th Plansee Seminar /1977/ N^o D2. 1-13.
- R. Groh, T. Millner und L. Bartha: "Einwirkung von Lithiummetall auf das Gefüge von oxidisch dotierten Wolframdrähten" Proc. 9th Plansee Seminar /1977/ N^o D4. 1-5.
- V. Stefániay, J. Kardos, L. Puskás, L. Varga: "The Observation of Dislocations by Scanning Electron Microscopy and X-ray Diffraction Topography" Kristall und Technik 12 /1977/ K5-K6.

Szabadalmak, találmányok:

1. Bartha L., Hangos I., Vadasdi K.: Halogén adalékos semleges gáztöltésű izzólámpa és eljárás annak előállítására

a/ M.Sz. 167.329

b/ NSzK Szab . 2.431.250

2. Bartha L., Millner T., Németh T., Szalay T.: Eljárás adalékos wolframoxid előállítására

M.Sz. 171.009

3. Bartha L., Oldal E.: Halogénadalékos izzólámpa és eljárás annak előállítására

M.Sz. 168.265

4. Barthy L., Neugebauer J., Varga L.: Wolframhuzal, valamint eljárás annak előállítására

M.Sz. 169.571

5. Lénárt Cs., Kertész L., Hajdu J., Horváth B.: Berendezés differenciál-termoanalízis céljára

M.Sz. 172.496

ACÉLLEMEZEK FESZÜLTSGI ÁLLAPOTÁNAK MEGHATÁROZÁSA MÁGNESES FESZÜLTSGDETEKTORRAL

Gaál István

Gráner János

Hauszner Ernő⁺

Ivanov Péter

Major János

Zsámbók Dénes⁺

A hidegen hengerelt acél finomlemezek egyik legfontosabb minősítési paramétere az un. sikkifekvés. A lemeztábla felületei akkor térhetnek el a siktól, ha a hengerlés során a lokális fajlagos képlékeny alakváltozás inhomogén.

Ha a képlékeny alakváltozás csak a vastagság mentén inhomogén - ami egyébként a hengerlési folyamat elkerülhetetlen velejárója - akkor olyan sikkifekvési hiba jön létre, amelyben a siktól való eltérés a keresztirány mentén állandó. Ez az un. homogén hullámosság, amely megfelelő görgős egyengetéssel mindig megszüntethető. Ha a képlékeny alakváltozás a keresztirány mentén is inhomogén, mivel pl. a munkahengerek hajlítása, illetve hőmérsékleteloszlása nincs megfelelően beállítva, akkor olyan sikkifekvési hiba jön létre, amelyben a siktól való eltérés mind a hossz, mind pedig a keresztirány mentén változik. Ez az un. inhomogén hullámosság, amely utólag egyszerű módszerekkel már nem csökkenthető.

Hengerlés közben a hullámosság - kivételes esetektől eltekintve - a szalag külső megfeszítése következtében eltűnik és a lemez sik lesz. Természetesen az inhomogén hullámosság létrejöttét ekkor is egyértelműen jelzi az acélszalag hengerlés közbeni feszültségeloszlásának keresztirány mentén fellépő inhomogenitása¹. Az inhomogén sikkifekvési hiba elkerülésére célszerű olyan érzékelő rendszert kidolgozni, amelynek segítségével hengerlés közben folyamatosan detektálható a szalaghuzó feszültsé-

⁺ Dunai Vasmű

gének az inhomogenitása. Az inhomogenitással arányos jelet természetesen egyben felhasználhatjuk a hengerhajlítás visszaszabályozására is. Az irodalomból ismert alapelvekből kiindulva egy olyan érintés nélküli, a mágneses anizotrópia inhomogenitását érzékelő rendszert valósítottunk meg, amelynek segítségével hengerlés közben folyamatosan észlelhetjük az acélszalag feszültségeloszlásának inhomogenitását a hengerlés keresztiránya mentén, mivel gyakorlati esetekben a mágneses anizotrópia inhomogenitás döntő oka a belső feszültségek inhomogenitása²⁻⁴.

Néhány éve rámutattak arra, hogy az inhomogén sikkifekvési hibák megjelenése a lemeztábla inhomogén alakítása következtében fellépő rugalmas instabilitás következménye, és a feszültségnek már az egészen csekély inhomogenitása is okozhatja a lemez hullámosodását. A gyakorlati tapasztalatok szerint viszont még az így kiszámolt küszöbérték tizszeresénél, százszorosánál sem lépnek fel műszakilag zavaró hullámok. A leggyakrabban gyártott finomlemezekre a készülékünknek a /néhány newton·mm⁻²/ mérési pontossága a küszöbfeszültségnek az elméletileg kapott és a tapasztalati talált értéke közé esik, ezért az ipari követelményeket ebből a szempontból is kielégíti.

A kész, sikkifekvő lemeztábláknál előfordulhat, hogy a belső feszültség inhomogenitása olyan kicsi, hogy hullámosság még nem jön létre, de a feldolgozás /darabolás, mélyhúzás stb./ során a munkadarab tönkremehet /hullámosodik, kardosodik, vetemedik stb./. Az ilyen rejtett hullámosság megállapítására egy olyan, egymérőfejes laboratóriumi műszert dolgoztunk ki, amelynek a működési elve a hengerművi berendezéséhez hasonló, azonban hordozható kivitele és egyszerű kezelhetősége lehetővé teszi a lemeztáblák roncsolásmentes minősítését, illetve válogatását.

1. Ivanov P., Gaál I., Major J., Zsámbók D., Kóhalmi K., Horváth T.: "Finomlemezek sikkifekvése
I. rész: A finomlemezek alakhibáinak természete

II. rész: A szalaghuzó feszültség eloszlásának folyamatos mérése hideghengerlés közben"

Dunai Vasmű Közl., megjelenés alatt.

2. Gaál I., Ivanov P., Major J., Hauszner E., Zsámbók D.:

"Eljárás és berendezés mechanikai feszültségek kontaktus nélküli mérésére ferromágneses testekben"

Szolgálati találmány: 2784-MA 1976.

3. Ivanov P., Major J., Gaál I., Gráner J., Hauszner E., Zsámbók D.: "Mágneses feszültségdetektor acélszalagok hideghengerlésének folyamatos ellenőrzésére"

VII. Anyagvizsgáló Kongresszus, Budapest

1978. október 9-13. II. kötet 973-977. old.

4. P. Ivanov, J. Major, I. Gaál: "Über die magnetinduktive Messung der mechanischen Spannung in Stahlblechen"

/V. NAT. WISS. - TECHN. KONFERENZ/ Defektoskopie '77

18-21, máj. 1977. Várna, I. kötet

282-290. old. /1977/

AZ ACÉLLOLVADÉKOKBAN OLDOTT OXIGÉN KONCENTRÁCIÓJÁNAK MEGHATÁROZÁSA ELEKTROMOTOROS ERŐ MÉRÉSÉVEL

Bartha László

Major János

Salamon András

Az acélgyártás során kiemelkedő fontosságú paraméter az acélban oldott oxigén koncentrációja. Az acélgyártási folyamat felgyorsulása /konverteres acélgyártás révén/, illetve a jobb minőségű acélok iránti fokozott kereslet különösen szükségessé tette az olyan, nagyüzemben is használható eljárás kifejlesztését, amely rövid idő alatt ad információt az aktiv oxigén koncentrációjáról. A szilárdtest-elektrolitokban fellépő elektromotoros erő mérése egy jó módszert ad erre a célra. Magas hőmérsékletű rendszerek vizsgálatára már az 1950-es évek végétől alkalmazták ezt a technikát megfelelő módon adalékolt keramikus ionvezetőkkel, azonban az acéliparban való bevezetésére csak akkor kerülhetett sor, amikor a kb. $1000^{\circ}\text{C}/\text{másodperc}$ sebességű melegedésnek is ellenálló /un. hőlökés álló/, kizárólag oxigénion mozgásán alapuló, ionvezető keramikus anyagokat is kidolgozták. Sorozatban gyártott, egyszeri mérésre való szondákkal 1970. körül kezdtek el termelésirányítási kísérleteket végezni. Jelenleg már számos helyen használnak oxigénszondát az acélgyártásban, de a széleskörű elterjedésükről még nem beszélhetünk. Ezt a mérést alkalmazó vállalatok azonban jelentős gazdasági megtakarításról és minőségjavulásról számolnak be.

Az Intézetünk által beszerzett oxigénszonda felépítése a következő: az acélolvadékba merülő, oxigéniont vezető, MgO -val részlegesen stabilizált ZrO_2 kerámiaacső belsejében van a referenciaként szolgáló króm-krómoxid keverék. Ennek a rendszernek az oxigénpotenciálja a hőmérséklet függvényében ismert. Az elektromotoros erőt a

referenciakeveréssel és az acéllal érintkező molibdén elektródák között mérjük. A szondába bele van még építve egy Pt-PtRh termoelem is. A szondát különböző hőszigetelő anyagok segítségével úgy alakítják ki, hogy a mérési idő alatt az elektromos kontaktusok és a hozzávezetések észrevehetően ne melegedjenek fel. A szonda élettartama az acélfürdő hőmérsékletétől függően 1-2 perc, ekkor valamelyik áramkör megszakad, de már kb. 15 másodperc alatt megkapható az az információ, amelyből az olvadékból oldott oxigén koncentrációja és az olvadék hőmérséklete meghatározható. A szonda csak egyszer meríthető be és a mérés után eldobandó. A gyártó vállalat specifikációja szerint a szonda 1-1000 súly ppm koncentrációja, maximálisan 1750°C hőmérsékletű acéolvadék mérésére alkalmas.

Az első próbaméréseket a Csepel Vas és Fémművek Fémtani és Technológiai Csoportjának kísérleti indukciós olvasztóberendezésén végeztük. Itt tisztázódott, hogy a mérés elektronikus szempontból nem okoz problémát.

Az üzemi méréseket a Dunai Vasmű acélművében végeztük. A folyamatos acélöntőmű kristályosítójában és az üstben végzett mérésekből egyértelműen kiderült, hogy az üzemi mérés feltétele a meghatározott módon, reprodukálhatóan végzett bementítés. Különösen fontos a már dermedésnek indult salakréteg áttörése, valamint a szonda fűgőlegességének biztosítása a mérés közben. Ezeket a követelményeket csak automatikusan működő gépi bementítő berendezéssel lehet kielégíteni.

DTA BERESENDEZÉSEK FEJLESZTÉSE

Bartha László

Lénárt Csaba

Hajdu János⁺

Nagy Elemér

Horváth Bálint⁺⁺

Németh Károly

Kertész László⁺

Németh Tibor

Az anyagok fizikai és/vagy kémiai átalakulásait majdnem minden esetben jól mérhető entalpiaváltozás kíséri. E jelenség vizsgálata alkalmas az anyagok azonosítására /az entalpiaváltozás ekkor jellemző anyagi paraméter/ vagy az entalpiaváltozást kiváltó folyamatok mechanizmusának a felderítésére.

A hőmérséklet vagy idő függésében rögzített differenciális termoanalitikai görbék helyét és alakját a folyamatok kinetikája, míg a görbe alatti területet a szóbanforgó entalpiaváltozás rögzíti. Két olyan kalorimétert fejlesztettünk ki, amelyek mérés technikailag új, szabadalmaztatott vonásokat is tartalmaznak^{1,2}. A készülékek mikroanalitikai családhoz tartoznak, mivel néhány tízed milligramm mennyiségű anyag átalakulása során már jól értékelhető hőeffektusok lépnek fel.

A készülékek alkalmasak arra, hogy az anyagok viselkedésmódját széles hőmérséklettartományban -70 és $+700^{\circ}\text{C}$ között/, tetszőleges /reduktív, oxidáló vagy vákuum-/ atmoszférában vizsgáljuk. Az elemzések értékét emeli, hogy azok magukba foglalhatják az átalakulásokkal járó súlyváltozások egyidejű meghatározását is /DTA-TG kombináció/. Mivel a felfűtési sebességeket széles tartományból $/0,1-50^{\circ}\text{C}/\text{perc}/$ választhatjuk, lehetőségünk nyílik arra, hogy olyan folyamatokat is szétválasszunk, amelyek egymáshoz közel eső hőmérsékleten zajlanak le szóbajövő sebességgel $/ T < 1^{\circ}\text{C}/$.

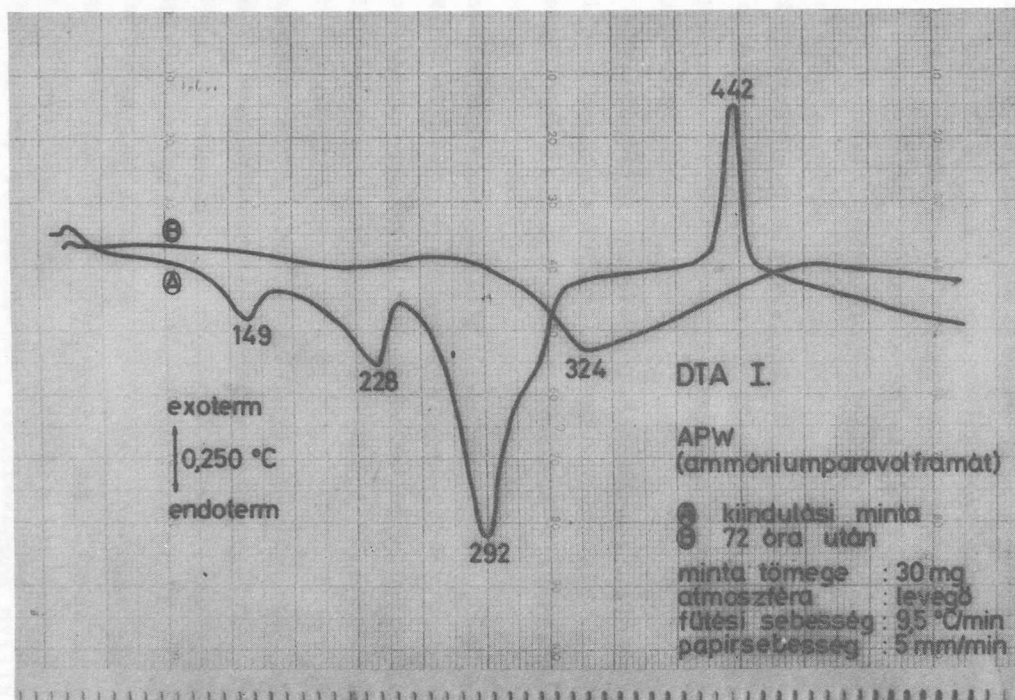
⁺ELTE Szilárdtestfizikai Tanszék

⁺⁺EIVRT

A berendezéseket sikerrel alkalmaztuk fázisátalakulások /pl. színfémek, ötvözetek és vegyületek olvadása, szerkezeti átalakulások/, szilárdtest és gáz-szilárdtest reakciók kinetikájának /pl. precipitáció és diffúzió ötvözetekben alumínium parawolframátnak az 1. ábrán mutatott termikus bontása/, kémiai stabilitás /pl. gyógyszerek, bauxit elemzése/ tanulmányozásában.

Mérési elvünk egyszerű lehetőséget nyújt arra, hogy digitális adatfeldolgozást, illetve kombinált mérőegységeket /pl. DTA-TG-tömegspektrométer/ alakítsunk ki.

1. Lénárt Cs., Kertész J., Hajdu J., Horváth B.: "Berendezés differenciál-termoanalízis céljára"
Szabadalmi bejelentés száma: 2251-MA 1975.
2. Bartha L., Lénárt Cs., Nagy E., Németh K.: "Eljárás és berendezés anyagok termikus analízisére"
Szabadalom bejelentve: 1977.
3. Kertész J., Hajdu J., Lénárt Cs.: "DTA-berendezés szilárd fázisu ötvözetek nagyérzékenységű vizsgálatára"
A szilárdtestkutatás korszerű berendezései
1973, Budapest, 34/1-2 oldal.
4. J. Hajdu, L. Kertész, Cs. Lénárt, E. Nagy: "DTA studies in the Al-Mg-Si alloys" Crystal Lattice Defects 5, 177 /1974/.



1. ábra

Aluminium-parawolframát termikus bomlásának DTA diagramja
/A csúcsokhoz írt számok hőmérsékletet jelentenek °C-ban/

WOLFRAMHUZALOK CSAVARÁSOS VIZSGÁLATA

Gaál István

Szőkefalvi-Nagy Ágnes

Torzióval jó hosszmenti homogenitással lehet viszonylag nagymértékben deformálni a huzalokat. A szobahőmérsékleti szakítógépes vizsgálatoknál megszokott néhány százalékos plasztikus deformációval szemben, csavarással szobahőmérsékleten is néhányszor 10%-os plasztikus deformációt érhetünk el K, Al, Si adalékolással a porkohászati wolframhuzalokon. Magasabb hőmérsékleten /600°C/ az aránylag könnyen megvalósítható csavaróvizsgálattal 60 %-os (2) plasztikus deformációt valósítottunk meg 0,6 mm átmérőjű huzalon. Az ilyen igénybevétel a wolframhuzal hossz tengelyvel párhuzamos szemcsehatárait is terheli, így a gyártásnál igen lényeges, szemcsehatár menti repedékenységgel vizsgálatára is módot nyújt.

Szobahőmérsékleten torziósan fárasztott wolframhuzalon sikerült kimutatni ponthibakeltést elektromos ellenállásmérés segítségével¹. Igazoltuk, hogy a keltett ponthibák mennyisége megfelel a polikristályos rézben hasonló módon, ugyanolyan plasztikus amplitudóval és ciklusszámmal keltettekének, a két fém közötti döntő szerkezeti különbségek ellenére.

Magas hőmérsékleten egyirányban végzett csavarással a hőmérséklet és a deformáció mértékének függvényében a kelthető hibák természetét és a repedések keletkezését, illetve terjedését vizsgáltuk. Ugy tűnik, hogy a wolframhuzal repedéseinek keletkezésében és azok terjedésében döntő szerepe van az izzító atmoszféra oxigén tartalmának, illetve az izzítás idejének.

1. Á. Szőkefalvi-Nagy: "Electrical resistivity of cyclically deformed tungsten", Scripta. Met., 110 /1977/ 335-337.

A WOLFRAM-OXIGÉN RENDSZER VIZSGÁLATA

Gaál István

Major János

Kele András

Uray László

A wolfram oxigénfelvételének kémiai analizissal való követése során fellépő nehézségeket úgy kívántuk megkerülni, hogy az oxigénfelvételt a wolfram valamely könnyen oxidálódó oldott szennyezőjének /pl. az oldott aluminiumnak/ belső oxidációján keresztül detektáltuk. Mivel a belső oxidáció során az oldott szennyező oxid második fázisként kiválik, az oxigénfelvételt elektromos ellenállásméréssel is nyomon lehet követni. Ha ismerjük a keletkező oxidfázis kémiai összetételét, akkor ezzel a módszerrel egyszerű módon mérhetjük a 10 és a 100 at ppm közötti oxigénfelvételt^{1,2,3}.

Diffúziós ötvözéssel 100 és 200 at ppm közötti oldott aluminium tartalommal rendelkező wolfram ötvözeteket készítettünk. Kiinduló anyagunk oldott szennyezőkre nézve tiszta, 180 μ m átmérőjű wolframhuzal volt. Azt tapasztaltuk, hogy a wolfram az aluminium kioxidálásához szükséges mintegy 100 at ppm mennyiségű oxigént a 10^{-3} Pa parciális oxigén nyomású vákuumból csak több órás magas hőmérsékletű izzítás alatt képes felvenni. Ennek a meglepően nehéz oxigénfelvételnek az az oka, hogy a wolframra átfolyó oxigénáram - az oldott oxigén kis koncentrációja miatt - rendkívül alacsony. Az oldott oxigén alacsony koncentrációjának egyik közvetlen bizonyítéka, hogy a gyors hűtés hatására fellépő többletellenállás-járulék igen csekély. /Az oldott oxigén koncentrációja feltehetően azért alacsony, mert a gáztérből wolframra érkező oxigénmolekulák döntő része wolframoxid formájában azonnal elpárolog./

Megmutattuk, hogy 3000 K hőmérsékleten 10^{-4} Pa-nál kisebb oxigén parciális nyomású vákuumban az aluminiumoxid - a termodinamikai elvárásoknak megfelelően - a wolframra

oldott aluminiummá redukálható^{2,3}. A redukció száraz hidrogénben már alacsonyabb hőmérsékleten is megindul^{2,3}. Ezek szerint a szinterelés alatt az alumíniumoxid oldott aluminiummá redukálódik.

A kovácsolt rudakban ennek ellenére gyakran találunk alumíniumoxidot, illetve más alumínium tartalmu oxidfázist. Ennek okát abban látjuk, hogy a kovácsolt rud gázpermeabilitása a jelentős sűrűségkülönbség miatt eltér az általunk vizsgált huzalokétól. A szivárgási utakon viszont az oxidos párolgás viasszaszorul, és így az adott külső oxigénnyomáshoz tartozó oldott oxigénkoncentráció megnő.

1. Gaál I., Neugebauer J.M., Uray L.: "
Acta Techn. Hung. 80 /1975/ 109.
2. A. Kele, M. Menyhárd, L. Uray, I. Gaál:
Plansee Berichte für Pulvermet. 26 /1978/ 3.
3. A. Kele: Egyetemi doktori értekezés, Budapest, 1978.

SZEMCSEHATÁROK ELEKTROMOS ELLENÁLLÁSA WOLFRAMBAN

Barna Árpád⁺

Neugebauer János⁺⁺

Gaál István

Radnóczi György⁺

Geszti-Herkner Olga

Uray László

Vicsek Tamás

A transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok céljaira 180 μ m átmérőjű wolframhuzalokból keresztpreparátumokat készítve¹ megállapítottuk, hogy az 1600 K hőmérséklet felett hőkezelt K, Al és Si elemekkel adalékolt huzalok legfontosabb rácshibája a szemcsehatár. Az 1600 és 2400 K hőmérséklet között végzett izmitások során kimutatható volt, hogy amíg az un. rostos szerkezet megmarad az egyes rostok hosszú, közel hatszög keresztmetszetű krisztallitok, amelyek egymáshoz nagyszögű szemcsehatárokkal csatlakoznak. Ez utóbbi megállapítás két megfigyelésen alapul. A keresztpreparátumokról készített elektrondiffrakciós felvételek szerint a preparátumban mindenfajta, /110/ körüli elforgatásnak megfelelő orientációju szemcse egyforma valószínűséggel fordul elő, és az egymáshoz közeli orientációju diffrakciós pontokhoz a határolt diffrakciós topográfiás képek szerint egymástól térben távolosó tartományok tartoznak. Ugyancsak alátámasztja a nagyszögű szemcsehatárookra való megállapítást az is, hogy a határok közel 120°-os szög alatt metszik egymást és így közel egyforma természetűeknek kell lenniük.

A rostos szerkezet 1600 K feletti hőmérsékleteken tehát a primer rekrisztallizált szerkezetnek egy különös fajtája, amelyben a szemcsék a keresztirányu növekedés szempontjából egy egyensúlyi jellegű méhsejt strukturáját vették fel. A metastabil, elnyult szerkezet hosszú idejű

⁺ Szerkezetkutatási főosztály

⁺⁺ jelenlegi címe: Miskolci Nehézipari Egyetem

fennállását a kálium második fázisából adódó soroknak tulajdoníthatjuk.

Ez a szerkezet különösen alkalmas annak a vizsgálatára, hogy a szemcsehatárok hogyan befolyásolják az elektromos transzport tulajdonságait, mivel a szokásos egyenáramu méréseknél az összes szemcsehatár közel párhuzamos az áram irányával.

Az erősen szóró határok által okozott elektromos többletellenállás hőmérsékletfüggését tanulmányozva megállapítottuk², hogy a többletellenállásnak maximuma körülbelül annál a hőmérsékletnél van, amelynél a szemcsén belüli szabaduthossz a szemcsemérettel összemérhető. Ezen maximum megjelenését az elmúlt évben sikerült is kimutatnunk. A maximum helyéből és a többletellenállás nagyságából vissza lehet következtetni arra - legalább is egy egyszerű szabadelektron modell keretében -, hogy mekkora az egységnyi szemcsehatárfelület többletellenállása a magashőmérsékletű határesetben. /A szemcsehatárok fajlagos hatását tehát úgy becsülhetjük meg, hogy nem kell közvetlen módszerrel szemcseméretet mérni./ Az így megbecsült fajlagos szemcsehatárellellállás jó egyezésben van az ellenállás adatokból és a transzmissziós felvételekből közvetlen módon számított adatokkal. A metallográfiás képek alapján mért szemcsehatárellellállás lényegesen nagyobb, mint az amelyet elektronmikroszkópos képek alapján határoztunk meg³.

1. A. Barna, I. Gaál, O. Geszti-Herkner, Gy. Radnóczy, L. Uray: 9. Plansee Seminar, 1977, Reutte, 9. preprint
2. I. Gaál, L. Uray, T. Vicsek: Phys. stat. sol. /a/ 31 /1975/ 755.
3. I. Gaál, J. Neugebauer, L. Uray: Acta Techn. Hung. 80 /1975/ 109.

MÁSODIK FÁZISOK TÉRFOGATVÁLTOZÁSÁNAK VIZSGÁLATA DILATOMÉTERREL

Gaál István

Harmat Péter

Major János

A második fázisok térfogatváltozásának vizsgálatára egy olyan kapacitív dilatometert fejlesztettünk ki, amely vékony, magas olvadáspontu huzalminták mérésére alkalmas. A minta a dilatometerben a rajta átfolyó árammal hőkezelhető és lehetőségünk van arra, hogy a minta hosszváltozását a hőmérséklet, az oxigén parciális nyomása, a húzóterhelés és az idő függvényében vizsgáljuk. Az általunk vizsgált folyamatok karakterisztikus ideje másodpercnél nagyobb. Ezért a minta a hőkezelési szakasz végén az áram alkalmasan szabályozott kikapcsolásával hűthető le, és ezután a szobahőmérsékletnél valamivel magasabb hőmérsékletre stabilizált dilatometerrel a hőkezelés hatására bekövetkező hosszváltozás mérhető. Ilyen méréseknél a dilatometer érzékenysége 20 cm hosszúságu mintákra $5 \cdot 10^{-7}$ relatív hosszváltozás. A dilatometer természetesen alkalmas "magashőmérsékletű" mérésekre is, azonban az ilyenkor fel lépő hőmérsékleti inhomogenitások és ingadozások a mérési pontosságot jelentősen csökkentik $/2 \cdot 10^{-5}$ relatív hosszváltozás/.

Az eddigiekben 0,17 mm átmérőjű K, Al és Si elemekkel adalékolt porkohászati wolfram huzalokon vizsgáltuk a kálium második fázisainak a térfogatváltozását. Állandó hőmérsékleten $/2200 \text{ K}/$ és az oxigénnek adott parciális nyomásán $/1,3 \cdot 10^{-3} \text{ Pa}/$ különböző húzóterhelések mellett végezve a méréseket, arra a következtetésre jutottunk, hogy a kálium második fázisainak az egyensúlyi mérete wolframban a ciklikusan változtatott terhelésnek megfelelően ciklikusan változik. A mért effektus nagysága és kinetikája csak akkor mutat jó egyezést az elméletileg

becsüléssel, ha figyelembe vesszük, hogy a wolframban lévő káliumfázis állapota esetünkben az ideális gázviselkedéstől alapvetően eltér².

Állandó terhelés és az oxigén állandó parciális nyomása mellett végzett méréseinkben a hőmérséklet megváltoztatásával a kálium második fázisaiban a kálium nyomását és így a második fázis egyensúlyi méretét változtatjuk. A ciklikus hőmérsékletváltozás hatására így ciklikus hosszváltozásnak kell fellépnie, amelyet a méréseinkkel ki is mutattunk. A folyamat időállandói megegyeznek a második fázis vakanciamozgáson alapuló térfogatváltozásának az időállandóival¹.

Állandó hőmérséklet és terhelés mellett az oxigén parciális nyomását változtatva megállapítottuk, hogy az oxigénnek lényeges hatása van a kálium második fázisainak az egyensúlyi méretére. Az oxigén parciális nyomásának ciklikus változtatásával ciklikus hosszváltozást kaptunk, az oxigén hatása tehát kémiai értelemben reverzibilis.

1. Harmat P., Major J.: "Wolfram huzalok vizsgálata kapacitív dilatométerrel"

ELFT XVII. Vándorgyűlése, Eger 1977, Poster.

2. Gaál I.: 8. Plansee Seminar, 1974 Reutte, Tirol p. 81.

ILLÉKONY ÖTVÖZETEK TÖBBLETELLENÁLLÁSÁNAK HŐMÉRSÉKLETFÜGGÉSE

Uray László

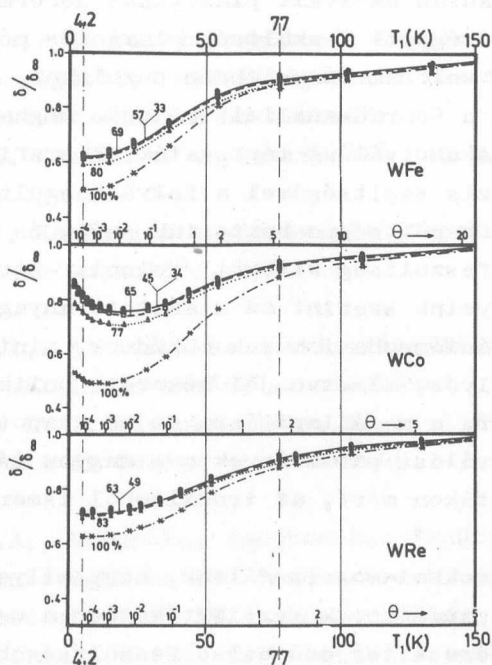
Vicsek Tamás

Számos rekrisztallizált hig wolframötvözet többletellenállásának hőmérsékletfüggésében lényeges szerepet játszik az, hogy a wolfram szubsztitúciós szennyezői illékonyak és így a magas hőmérsékletű hőkezelések során az ötvözet a szabad felületek közelében az oldott szennyezőkben lényegesen elszegényedhet. Ezt, a szennyező eloszlásból eredő hőmérsékletfüggést, extrinszik hőmérsékletfüggésnek nevezzük. Hig WFe, WCo és WRe ötvözetek többletellenállásának hőmérsékletfüggésében az extrinszik és intrinszik járulékot azáltal tudtuk szétválasztani, hogy a huzalminta átmérőjét elektrolitikusan csökkentettük és az ellenállás hőmérsékletfüggését az átmérő függvényében határoztuk meg /1. ábra/. Ilyen úton módunk volt a kipárolgási profil közvetlen meghatározására is. Megállapítottuk továbbá, hogy a WCo ötvözet Kondo-rendszert alkot, mivel ezen ötvözet fajlagos ellenállása a hőmérséklet függvényében 20 K hőmérsékleten minimumot mutat¹.

A felület közelében az illékony szennyezők koncentrációja az elektronok átlagos szabad uthosszán belül is lényegesen változik. Így ebben a tartományban a lokális fajlagos ellenállás fogalma értelmetlenné válik és a próbatest ellenállását közvetlenül a Boltzmann-egyenletből kell kiszámítanunk¹. Ez a szennyezők eloszlásának az un. mikroszkópikus határeset. Ezt a határesetet a kis inhomogenitások esetére Geszti² tárgyalta a Boltzmann-egyenlet segítségével. A nagy mikroszkópos inhomogenitások vizsgálatának a kipárolgási profil tanulmányozása jól körüljárható esetét képezi, mivel ebben az esetben a szennyezőeloszlás és az intrinszik hőmérsékletfüggés kísérletileg ismert. Az ellenállás hőmérsékletfüggését a lokális fajlagos ellen-

állás, illetve a Boltzmann-egyenlet megoldása alapján számítva, azt tapasztaltuk, hogy a mérések a mikroszkópos elmélettel jól egyeznek, a makroszkópos elvárásoktól való eltérés pedig jelentős.

1. L. Uray, T. Vicsek: Phil. Mag. B 37 /1978/ 341.
2. T. Geszti: Phys. stat. sol. 35 /1969/ 793.



1. ábra

Néhány hig wolframötvözet relatív többletellenállásának (σ/σ_∞) függése az abszolút hőmérséklettől T_1 , illetve a tiszta wolfram relatív ellenállásától $(\theta = \varphi(T_1)/\sigma_\infty)$. Az egyes görbék különböző mértékben csökkentett átmérőjű huzalokra vonatkoznak, a rajtuk levő számok az átmérőjüket adják az eredeti átmérő százalékában. Az ábrán $\sigma = \sigma(T_1)$ a szennyezők által okozott többletellenállás, σ_∞ pedig ennek a magas hőmérsékletű /kb. $T_1 \approx 200$ K-en mért/ határesetete. A θ skálán a 100% jelzésű görbékre vonatkoznak.

A TERMIKUSAN AKTIVÁLT PLASZTIKUS DEFORMÁCIO VIZSGÁLATA

Nagy T. Attila

Erősen alakított, tércentrált köbös szerkezetű fémeken vizsgáltuk a termikusan aktivált plasztikus deformációt szobahőmérsékleten végzett feszültségrelaxációs mérésekkel. Ipari eredetű wolfram és molibdén huzalokon, valamint lágyacél lemezeken a Conrad-analízis alapján meghatároztuk a diszlokációmozgás aktiválási térfogatát. A grafikusan elvégzett Li analízis segítségével a folyásfeszültséget effektív és belső feszültségre bontottuk szét, és kiszámoltuk a sebesség-feszültség kitevőt /velocity-stress exponent/. Eredményeink szerint az alakított anyagokban ugyanolyan diszlokációmechanizmusok működnek, mint az illető fém egykristályos, illetve jól hőkezelt polikristályos mintáiban. Erre a megállapításra az ad alapot, hogy az általunk mért aktiválási paraméterek nem nagyon térnek el az alakítatlan mintákon mért, az irodalomból ismert értékektől.

Modellszámításokkal megvizsgáltuk, hogy milyen változásokat okoznak a paraméterek mért értékeiben a makroszkópos, több szemcsére kiterjedő belső feszültségek. A számítások alapján lehetséges a mérési eredmények korrekciója, valamint ezen feszültségek kísérleti kimutatása is.

Modellszámításokkal vizsgáltuk az egytengelyű nyújtás instabilitását és értelmeztük a wolfram huzalok megfigyelt szakadási nyulását.

A munka folytatásához az eddig alkalmazott grafikus kiértékelési módszerek elégtelennek bizonyultak. A továbblépés céljából megoldottuk az automatikus adatrögzítést, és a relaxációs görbéket számítógéppel értékeljük ki.

1. A.T. Nagy: "Stress relaxation and deviation from the mechanical equation of state", Scripta Met. 2 /1975/ 27.
2. Nagy T.A.: "Inhomogén keresztmetszetű, nem keményedő minta nyulása. Alkalmazás 0.6 mm átmérőjű wolfram huzalra", MTA MFKI Közleményei 0-16 /1975/ 33.
3. Nagy T.A.: "A folyásfeszültség függése a deformáció sebességétől. Feszültségrelaxációs mérések hidegen alakított wolfram huzalokon"
VIII. Kohászati anyagvizsgáló napok, Balatonszéplak, 1975. június 3-6.
VIII. Kohászati anyagvizsgáló napok kiadványa, Fémtani szekció I. 191.
4. Nagy T.A.: "A termikusan aktivált plasztikus deformáció vizsgálata és néhány alkalmazása"
ELFT XVII. Vándorgyűlése, Eger, 1977. aug. 23-26.
Program és Poster kivonatok 44.
5. Nagy T.A., Varga L., Zsámbok D.: "Makroszkópos belső feszültségek hatása finomlemezek mérhető folyáshatárára", ELFT XVII. Vándorgyűlése, Eger, 1977. aug. 23-26. Program és Poster kivonatok 46.
6. Nagy T.A.: "Néhány tércentrált köbös szerkezetű hidegen alakított fém termikusan aktivált deformációja"
Egyetemi doktori értekezés, Budapest, 1977.

MAGASOLVADÁSPONTU FÉMEK ALAKÍTÁSI TÖRÉSEIRŐL

Bartha László

Groh Rezső

Varga László

A tömeggyártás a nagy darabszámok mellett egyre nagyobb alakítási sebességeket alkalmaz. Az egyébként is rideg anyagok esetében növekszenek a törékenységi gondok nem csupán azért, mert a nagyobb alakítási sebesség növeli a ridegtörési hajlamot, hanem azért is, mert az értékesebb gépi fődíő csökkenéséhez, indokolatlan gépálláshoz vezet. Az igen nagy darabszámok esetén természetesen a törés által okozott azonos selejtszázalék is nagy darabszámot, így abszolútértékben jelentős költségtöbbletet eredményez.

Adott anyag és alakítási sebesség esetén a törékenység a hőmérséklettől, a feszültségállapottól /pl. szerszámtól/ és a kristályhibáktól, azaz az ún. reális szerkezettől függ. Elképzelhető, hogy pl. magasabb alakítási hőmérsékleten kevesebb diszlokáció képződik és nagyobb mértékű alakítás érhető el egy lépésben változatlan törési valószínűség mellett, de a magasabb alakítási hőmérséklet esetleg elszennyezheti /pl. oldott oxigénnel/ az anyagot, s ez a várakozással ellentétes hatást eredményez.

A paraméterek sokasága, a követelmények és lehetőségek időbeli változása azt jelenti, hogy az adott sebességű, feszültségállapotú és hőmérsékletű igénybevételhez megkereshető az alakítás és a végtermék szempontjából optimális reális szerkezet, hozzá a technológiai paraméterek, az atmoszférikus környezettől való védelem, a szerszám kialakítás és kopás stb. Ezidáig a spiralizálással¹, a mélyhuzatósággal², a dróthuzással és huzókövekkel^{4,5,6}, kovácsozással, szintereléssel és öntéssel⁷ foglalkoztunk az említett szempontok figyelembevételével; az egyes alakváltozási alapjelenségek kimutatása, megfigyelése és vizsgálata^{8,9,10,11,12} mellett.

1. L. Bartha, L. Varga: "About the Coiling of Tungsten Filaments" Acta Techn. Hung. 80 /1975/ 93
2. G. Tichy, A.T. Nagy, L. Varga, Gy. Lorge, B. Albert: "Molibdénlemezek mélyhuzhatóságáról" ELFT XVII. Vándorgyűlés, Eger, 1977, Kivonat 45. old.
3. A.T. Nagy, L. Varga, D. Zsámbok: "Makroszkópos belső feszültségek hatása finomlemezek mérhető folyáshatárára" ELFT XVII. Vándorgyűlés, Eger /1977/ Kivonat 46. old.
4. L. Varga: "Magasolvadáspontú fémek alakíthatóságáról és töréséről" ELFT XVII. Vándorgyűlés, Eger, /1977/ Kivonat 42. old.
5. K. Vigh, J. Kusz, J. Kardos, A.T. Nagy, L. Varga, L. Bartha: "Gyémánt huzókövek reális szerkezetének vizsgálata a felhasználás szempontjából" ELFT XVII. Vándorgyűlés, Eger /1977/ Kivonat 43. old.
6. L. Bartha, L. Varga, J. Neugebauer: "Wolframhuzal, valamint eljárás és berendezés annak előállítására" Magyar szabadalom 169.571 /1976. XI. 8./
7. J. Auleytner, T. Warminski, G. Jasiolek, G. Tichy, L. Varga, L. Bartha, Gy. Lorge, B. Albert: "Szinterelt W és öntött Mo rudak szerkezetvizsgálata" ELFT XVII. Vándorgyűlés, Eger /1977/
8. L. Varga: "Wolfram- és molibdénhuzalok kontrakciójának és törésének vizsgálata" Kandidátusi értekezés, Budapest, 1975.
9. L. Varga: "Diszlokációmechanizmusok wolframhuzalok szakítása során" MTA MFKI Közl. 0-17 /1976/ 33.

10. L. Varga: "Einige Versetzungsvorgänge an Wolfram- und Molybdändrähten"
Vorträge der VIII. Hüttenmännischen Material-
profertagungen
Section Metallkunde II. /1975/ 371.
11. V. Stefániay, J. Kardos, L. Puskás, L. Varga:
"The Observation of Dislocations by Scanning
Electron Microscopy and X-ray Diffraction Topography"
Kristall und Technik 12 /1977/ /1/ K-5
12. J. Kardos, L. Puskás, I. Szendrő, V. Stefániay,
L. Varga: "Raster-elektronenmikroskopische und
röntgenographische Untersuchungen von Dislocationen"
Vorträge der VII. Arbeitstagung "Elektronmikroskopie"
Berlin /1975/ 271. /B 59/

ÜREGNÖVEKEDÉS ÉS MAGASHŐMÉRSÉKLETŰ CREEP-SZAKADÁS

Horacsek Ottó

Horacsek Ottóné

A szilárd testekben jelenlévő gázbuborékoknak az anyag magashőmérsékletű tulajdonságaira gyakorolt hatását vizsgáltuk porkohászati úton gyártott wolframhuzalokon. Megállapítottuk, hogy a modell-anyagként választott KSial -adalekolásu wolframban képződő szubmikroszkópikus méretű gázbuborékok lényeges szerepet játszanak a huzalok ún. creep-szakadásában. Ezen anyag esetében a buboréknövekedés sebessége szabja meg a creep-élettartamot és az ún. creep-duktilitást, ellentétben a tiszta wolframmal, amelynél a szemcsehatárcsuszás során képződő mikrorepedések növekedése vezet szakadáshoz.

A mikroporozitás következtében fellépő creep-kavitáció tanulmányozása során kiderült, hogy az egyhelyben történő buboréknövekedés nem egyedüli formája az üregképződésnek. A szilárd testben lévő gázbuborékok ugyanis vakanciaáram hatására mozgásra kényszerülnek, ami a Nabarro-Herring-féle creepfolyamat során a húzófeszültséggel terhelt szemcsehatárok mentén buborékfelhalmozódáshoz vezet. Kimutattuk, hogy a mozgó buborékok találkozásának és egyesülésének lehetősége miatt már jóval kisebb feszültségek hatására is felléphet kavitáció, mint ahogy ez elméletileg várható lenne. Ebben az esetben az üregnövekedés két egymást követő és minőségileg eltérő részfolyamat eredménye: a növekedés első szakaszában bizonyos számú buborék gáztartalmának egyesüléséből egy megfelelő méretű üreg /nukleus/ képződik, ennek továbbnövekedése azonban már kizárólag vakanciafelhalmozódásnak tulajdonítható.

Eddig végzett vizsgálataink alapján arra a következtetésre jutottunk, hogy az izzólámpák kiégését nemcsak a lámpa első bekapcsolásakor már meglévő ún. kezdeti hot-spotok

okozhatják. A wolframspirálokban lévő káliumbuborékok mozgása és növekedése ugyanis megteremtheti annak lehetőségét, hogy egy eredetileg hibátlan drótszakasz a lámpa használata során tulhevüljön és itt a kiégéshez vezető spot-növekedés folyamata beinduljon.

1. O. Horacsek: "Cavity growth in the high temperature creep process of pure and doped tungsten wires"
Z. Metallkunde 67 /1974/ 318-323
2. O. Horacsek, L. Bartha: "The effect of microporosity on the recrystallization and creep behaviour of tungsten wires"
High Temperature - High Pressures 6 /1974/ 371-381
3. O. Horacsek, K. Horacsek: "Cavitation in tungsten filaments" Z. Metallkunde 67 /1976/ 264-268
4. O. Horacsek, K. Horacsek: "The motion and growth of potassium bubbles in incandescent tungsten filaments"
MTA MFKI Közl. 0-17 /1976/ 123-139
5. O. Horacsek, L. Bartha: "Hohlraumbildung in dotierten Wolframdrähten"
Planseeberichte für Pulvermetallurgie 25 /1977/ 157-167.

WOLFRAMRUDAK RONCSOLÁSMENTES VIZSGÁLATA ÖRVÉNYÁRAMOKKAL

Gaál István

Major János

Skopál István

A porkohászati wolframrudak porozitásának és hossz-
menti homogenitásának roncsolásmentes vizsgálatára örvény-
áramos veszteségmérő berendezést állítottunk össze.

Az örvényveszteség mérésére két, közel azonos para-
méterekkel rendelkező szolenoidot készítettünk, amelyeket
egy kapacitásmérő-hid két szemközti ágába kötöttünk be.
Biztosítottuk, hogy a tekercsek saját örvényáramvesztesé-
ge, valamint ohmos ellenállásának hőmérsékletfüggése
/a szobahőmérséklet körül/ elhanyagolható legyen. A hidat
először üres tekercsekkel egyenlítettük ki, majd pedig úgy,
hogy az egyik tekercs tartalmazta a kb. 40 cm hosszú vizs-
gálandó rud egy kb. 2 cm-es szakaszát. A szolenoidokat úgy
méreteztük, hogy mintáinkra a fenti két hidegyensúlyhoz
tartozó effektív vezetőképesség értékek különbsége ΔG /
közelítőleg arányos legyen a minta örvényáram-veszteségé-
vel. Ezt a ΔG -értéket használtuk vizsgálati paraméternek.

Megállapítottuk, hogy a sütött rudakon az örvényáram-
veszteség és a sűrűség között nincs szoros korreláció. Ez
érthető is, hiszen az örvényáramok lehetséges utjait nem-
csak a pórusok mennyisége, hanem azok eloszlása is lénye-
gesen befolyásolja.

Megfigyeltük, hogy a frissen sütött rudak örvényáram-
vesztesége szobahőmérsékletű levegőn való tárolás közben
számottevően csökkenhet, és 500°C-on, hidrogénben való hő-
kezeléssel az örvényveszteség az eredeti érték fölé növel-
hető, majd néhány további nap elteltével újból csökkenést
tapasztalunk. A pórushálózaton keresztül beszivárgó levegő
a fémpor-szemcsék felületét egy-kétatomos rétegben, tehát
szobahőmérsékleten is oxidálja, s ez a szemcsék közti
átvezetést jelentősen lerontja.

Végezetül megvizsgáltuk a wolframrudak hosszmenti homogenitását az egyes technológiai lépések után. A grafikonokból szembetűnő, hogy a kezdetben meglévő, viszonylag nagy porozitás- /és esetleg méret-/ inhomogenitások a főszinterelés végére gyakorlatilag megszűnnek.

1. I. Skopal, J. Major und I. Gaal:

Defektoskopie '77, Szófia 1977.

FOLYADÉKFÁZISU SZINTERELÉS FOLYAMATAINAK TANULMÁNYOZÁSA AUTORADIOGRÁFIAI MÓDSZERREL

Kozma László

W.J. Huppmann⁺

Folyadékfázisban történő szinterelés során a szemcse-növekedés az Ostwald-átkristályosodás és szemcseösszenövés útján lehetséges.

A szemcseméret kihatással van az anyag mechanikai tulajdonságaira, így e folyamatok megismerése nemcsak elméleti jelentőségű. Ujabban egyre több bizonyíték látott napvilágot arra, hogy a szemcseösszenövés a folyadékfázisu szinterelés nagyobb jelentőséggel bíró folyamata. Amíg azonban az Ostwald-átkristályosodás elmélete kidolgozott-nak tekinthető, az összenövés még nem kellően ismert jelenség, elsősorban a mechanizmus ismeretének és a kvantitatív tárgyaláshoz szükséges méréseknek hiánya miatt. A W-Ni rendszer szinterelése során megfigyelték, hogy a wolfram-testekben tárolt energia mennyisége hatással van a szemcse-növekedés irányára és sebességére, a kisebb belső energiával rendelkező részecskék javára okozva a növekedést. Munkánk célja az volt, hogy a szemcseösszenövés mechanizmusát, hajtóerejét tisztázzuk és a kvantitatív megismerés alkalmas módszerét kidolgozzuk.

Kísérleteinkhez gömbszimmetrikus W testeket választottunk, amelyek teljesen azonos tulajdonságúak voltak, kivéve az előzetes hőkezelés eredményezte belső energiakülönbséget. Mivel előzetes tapasztalataink alapján várható volt, hogy a nagyobb energiatartalmu szemcsék atomjai vesznek részt az anyagvándorlásban, ezeket neutronaktivációval W-187 izotópokká alakítottuk át. A golyók felületét Ni réteggel vontuk be autokatalitikus reakció útján. A golyópárokat wolframfűtőtestű kályhában hevítettük 1500°C-on

⁺Max-Planck-Institut für Werkstoffwissenschaften, Stuttgart

H₂ atmoszférában 1 és 3 óra hosszat. A mikroszkópos tanulmányozáshoz és az autoradiográfiás felvételek készítéséhez a mintákat a hőkezelés után félbecsiszoltuk. Az autoradiográfiai módszer alkalmas a radioaktív anyag elcsúszásának a képi rögzítésére. A mennyiségi kiértékelés a felvételek feketedésének a mérése útján lehetséges¹.

A folyékonyfázisu szinterelés során a szemcsenövekedés a Ni-olvadékon keresztül történő anyagvándorlással valósul meg. Ebbe oldódik bele a nagyobb energiatartalmu szemcse, majd átdiffundálva a másik golyón válik ki. Párhuzamosan ezzel a folyamattal, de kisebb mértékben, a pozitív görbületű felületekről az Ostwald-féle folyamat is szállít anyagot a nyak környezetébe. A szemcsenövekedés irányát azonban nemcsak a tárolt energia különbsége határozza meg. Ezt támasztja alá azon megfigyelésünk, hogy az energiakülönbségekből várható irányított növekedés nem következik be minden esetben.

1. L. Kozma: "Automatic microdensitometer for image evaluation"

Isotopenpraxis /Berlin/ nyomtatásban.



OXIDZÁRVÁNYOK EREDETÉNEK KUTATÁSA FOLYAMATOSAN ÖNTÖTT ACÉLBAN

Salamon András

Az acél minőségét a zárványok mennyisége és nagysága befolyásolja.

Annak eldöntésére, vajon melyik technológiai folyamat, melyik edény játszik döntő szerepet az acél nem kívánt zárványainak megjelenésében, a Dunaujvárosi Vasmű folyamatos acélöntő üzemében, helyszínen végeztünk kísérleteket.

A lehetséges zárványforrások felderítésére olyan inaktív nyomjelzést kellett választanunk, ahol a nyomjelző az oxidzárványokhoz hasonló fizikai és kémiai tulajdonságokkal rendelkezik az acélöntés körülményei között, de az acél szennyezései között nem szerepel és utólagosan, kis koncentrációban is, könnyen kimutatható a rendelkezésünkre álló analitikával.

Végeredményben az öntőpor egy részéhez lantanoxidot adtunk, az üstfalazat egy részére pedig európiumoxiddal adagolt falazó anyagot vittünk fel.

Az öntés során az acélolvadékból, valamint a kihűlt bugaszeletek meghatározott részéről mintákat vettünk és ezeket aktivációs analitikával mértük.

Az eddigi 250 vizsgálat eredménye azt mutatta, hogy az öntőpor mintegy 1⁰/oo-e kerül az acélba, és jórészt a felszínen helyezkedik el, 3-5 mm mélységben koncentrációja már egy, 10-20 mm mélységtől pedig két nagyságrenddel kisebb. Az üstfalazatról származó zárványok eloszlása viszont folyamatos görbével nem írható le, számuk elég nagy és viszonylag nagy méretűek is /kb. 0.1 mm/.

1. Salamon A.: "Vizsgálatok az öntőpor acélba való beoldódására"

Magfizika az iparban. Kecskemét, 1977. aug.

2. Salamon A.: "Vaskomparátor, acél szennyezőinek elemzése"
KFKI Tud. szem. 1977. dec.
3. Salamon A.: "Acél szennyezéseinek elemzése"
Radioanalitikai szimp. Győr, 1977. okt.
4. Salamon A.: "Az öntőpor acélban való oldódásának vizsgálata" /oroszul/
Akt. Anal. Konf. Tbiliszi, 1977. jun.
Konf. kiadvány 97. old.

AUTOMATIKUS MIKRODENZITOMÉTER SZINKÉPELEMZÉSI ÉS RADIOGRÁFIAI CÉLOKRA

Kozma László

Szinképlemezek és filmek valamint radiográfiai felvételek pontos és automatikus feldolgozására mechanikus mikrodenzitométert építettünk.

A készülék egyfényutas, Köhler-típusú megvilágítással és mikroszkópos leképező rendszerrel rendelkezik. A vizsgált tárgy vagy tárgyrészlet által áteresztett fény mennyiségét Si planár fotodiódával mérik. Ez utóbbi jeleit közvetlen feketedési adatokká egy logaritmikus műveleti erősítő alakítja. A digitális kijelzéssel párhuzamosan a mérési adatok lyukszalagon való rögzítése is megoldott.

A megbízható és gyors fénymérő rendszer lehetővé teszi a feketedésmérés automatizálását. A szinképlemezek és a radiográfiai felvételek kiértékelésének sajátosságait és eltéréseit figyelembe véve két különböző automatikát dolgoztunk ki. A vizsgálandó felvételt hordozó tárgyasztalt két, egymásra merőleges irányú meghajtással láttuk el.

Kétdimenziós információeloszlás esetén a tárgy denzitometriai feldolgozása fésűfog-elrendezésben történik, a kép elemi pontokra való bontásával és azok szigorúan meghatározott sorrendben való mérésével. Szinképelemzés során azonban csak néhány elemhez tartozó vonal mérése szükséges. A műszer 16 előre meghatározott vonal kikeresésére képes. A mérőrendszerhez illesztett egylépéses összehasonlító logika a kiválasztott vonalak maximális feketedését és a háttérminimumokat szolgáltatja.

A feketedési adatokkal együtt a megfelelő koordináták is kijelzésre illetve rögzítésre kerülnek.

1. Kozma L., Bartha L., Zimmer K., Heltai Gy.: "Automatikus szinképvonal fotométer szinképfelvételek vizsgálatára" XIX. Magyar Szinképelemző Vándorgyűlés Előadásai VI/3 /1976/
2. Heltai Gy., Zimmer K., Kozma L.: "A szinképvonal-fotométer típusnak és néhány paraméterének hatása a feketedési görbe alakjára" GTE XX. MSzV Előadásai, 19-27 /1977/
3. L. Kozma: "Automatic microdensitometer for image evaluation" Isotopenpraxis /Berlin/ nyomtatásban
4. Kozma L.: "Újtipusu szinképvonal-fotométer" Magy. Kém. Folyóirat, nyomtatásban



1. ábra

Az automatikus mikrodenzitométer

APW TERMÍKUS BONTÁSI TERMÉKEINEK VIZSGÁLATA

Bartha László

Millner Tivadar

Németh Tibor

A wolframgyártás egyik legfontosabb közti alapanyaga az un. kénoxid, melyet az ammónium-parawolframát termikus redukciójával állítanak elő. E nem-sztöchiometrikus összetételű, többkomponensű anyag tulajdonságainak reprodukálható beállítása a homogén gyártás legfontosabb követelménye.

Korábbi munkáinkban megállapítottuk, hogy az izzólámpa minőségű spirálok jó tulajdonságait biztosító adalékanyagok /K, Al, Si/ beépítése elérhető a kénoxidok ioncsere-lő tulajdonságainak a felhasználásával. Az ioncsere rész-folyamatainak elemzésével rámutattunk arra, hogy abban a közvetlen ioncsere mellett ionasszociációs és elektron-cserével végbemenő folyamatokkal is számolnunk kell.

Mivel az adalékok hatékonysága csak akkor biztosítható a fémekben, ha azokat az oxidfázisok valamelyikébe építjük be, szükségesnek látszott, hogy tisztázzuk: a kénoxidot alkotó komponensek közül melyek hordozzák a beépülést biztosító tulajdonságot. Laboratóriumban előállított mintegy kétszáz, valamint üzemi kénoxidok sokoldalú vizsgálatát végeztük el. Az alkalmazott módszerek közül a tömegspektrométeres, röntgendiffrakciós, infravörös abszorpció, izotópos, elektrokémiai, aktivációs analitikai, hőkezelési módszerekkel nyert eredmények összefüggéseit használtuk fel az értékelésben. A kénoxidok változó kémiai aktivitását sikeresen értelmeztük. Megállapítottuk, hogy egy új komponensnek, a hidrogén-wolfram-bronznak tulajdonítható a kénoxidok viselkedésmódjának változása. Valószínűsítettük e bronz típus kialakulásának mechanizmusát.

A felismerés nemcsak az ioncsere tulajdonságot hordozó komponens azonosítását eredményezte, hanem lehetővé teszi, hogy a gyártás közti-termékének tulajdonságát új

szemlélettel és mechanizmussal vizsgáljuk, illetve e tulajdonságot tudatosan alakítsuk. Ezen az úton az adalékolás területén az eddiginél tudatosabb és megbízhatóbb technológia kialakítására nyitottunk lehetőséget.

1. L. Bartha, T. Németh, Gy. Gyarmati, A.B. Kiss, A. Salamon, T. Szalay: "Complex studies of blue tungsten oxide"

Acta Chim. Acad. Sci. Hung. /közlés alatt/

2. B.A. Kiss, T. Németh, É. Szalánczy: "Thermal polycondensation of ammonium paratungstate,

$/\text{NH}_4/_{10}[\text{W}_{12}\text{O}_{40}/\text{OH}/_2] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ "

J.Nat.Science /közlés alatt/

AMMÓNIUMPARAWOLFRAMÁT /APW/ ÉS WOLFRAMOXIDOK TERMIKUS BOMLÁSÁNAK ÉS REDUKCIÓJÁNAK TÖMEGSPEKTROMETRIÁS VIZSGÁLATÁRÓL

Gerey Gyula

Szigeti György

A vizsgálatok célja a wolframfém előállításának kiindulóanyagául szolgáló APW elbontásának és a redukció folyamatának részletesebb tanulmányozása. A méréssorozat előfeltétele a rendelkezésre álló csekély felbontású, csupán kvalitatív gázelemzésre alkalmas tömeganalizátornak és vákuumrendszerének átalakítása, a maradékgáz-háttér csökkentése, a felbontóképesség növelése és a hiányzó mintabeeresztő rendszer létrehozása volt. Jelenleg a VARIAN GD-150 tömegspektrométerrel kb. 180 tömegszámig és $5 \cdot 10^{-12}$ Torr parciális nyomásig azonosíthatunk komponenseket, az ultravákuum-részben elérhető legjobb háttérvákuum 10^{-9} Torr körül van. A létrehozott mintabeeresztő rendszer és a programozott felfűtésű kemence segítségével az eredmények kvantitatív kiértékelése is lehetővé vált. Az első méréssorozatokat 1976-ban még közvetlenül az analizátor vákuumterébe helyezett anyagminták hevítésével vettük fel, toroidos kézi hőfokemeléssel, kb. 1100°C -ig. Az anyag mennyiségét és a hevítés sebességét úgy kellett megválasztani, hogy az adott sziváссеbesség mellett a rendszer össznyomása a 10^{-5} Torr nagyságrendet túl ne lépje. A spektrum csúcsmagasságaiból számítottuk az egyes komponensek felszabadulásának hőfokfüggését. Azonos tömegszámnál jelentkező több ionfajta esetén az un. kísérő csúcsok mutatják meg, melyikük van, illetőleg milyen arányban vannak jelen az elegyben. A gyártásból származó, 400°C -ig formálógázban hevített ammóniumparawolframát, az un. kénoxid vizsgálatánál viszonylag nagy mennyiségű ammónia és víz kilépését észleltük a $70-320^{\circ}\text{C}$ hőmérséklettartományban. A másik, jelentősebb deszorpció az $M=28$ tömegszámmal és $M=14$ kísérőcsúccsal nitrogénnek

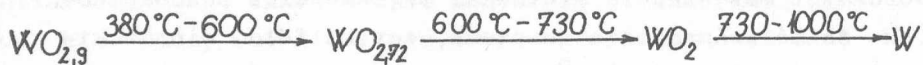
azonosítható komponens felszabadulása a $400-600^{\circ}\text{C}$ hőmérséklet-tartományban; ennek kémiai magyarázatát akkor még nem tudtuk megadni, mivel wolfram-nitridek vákuumban történő bomlásáról nem volt adatunk. Vizsgáltunk olyan kénoxidot is, amelynél az APW elbontását nagyvákuumban végeztük. A fent említett nitrogén-felszabadulás ennél ugyanugy jelentkezett, annak ellenére, hogy az ammónia elszívása miatt a nitridképződés itt nem valószínű. A WO_2 összetételhez közeli ún. barna-oxid vákuumban hevítve nem mutat nitrogén-deszorpciót. Az M=28 komponens, amelynek maximuma 600 és 1000°C között volt észlelhető, az M=12 és M=16 kísérő tömegszámok alapján csak szénmonoxid lehet.

1977-ben már 1 atm. nyomású áramló gázrendszerekben végeztünk vizsgálatokat az általunk szerkesztett mikrotűszelepes beeresztő-rendszer segítségével. Ennél az áramló gázból a mintavétel a kemencetér közelében történt, hogy a gázösszetétel megváltozása azonnal detektálható legyen. Az állandó áramlási sebesség, a konstans beeresztési arány és a lineáris hőmérsékletemelés folytán az ionáram-hőmérsékletfüggési görbékéből integrálással mennyiségi arányok is számíthatók. Az analizátor vákuumterébe az átáramló gáznak csak csekély hányada jut be, ezért ezeknek a méréseknek az érzékenysége sokkal kisebb, mint a mérőtérben végzett vákuumbontásé. A vıztartalomra vonatkoztatott érzékenységet $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ hevítésével kalibráltuk, amely kristályvizét 3 lépcsőben, egészszámu mólarányokban veszíti. Méréseink eltérése a számítottól 1%-on belül volt. Az APW termikus bomlását nagy tisztaságu argonban vizsgáltuk, az M=18, 17 és 16 tömegszámok H_2O és NH_3 regisztrálásával. Az inert gázban történő termikus bontás jellemzői: vízvesztés 4 fokozatban történik; 104°C -nál 1 mól, 167°C -nál 3 mól, 282°C -nál 5 mól, végül a maradék 1 mól 383°C -nál lép ki. Az ammónia eltávoztása 240°C -on 2 móllal kezdődik, tehát olyan hőfoktartományban, amelynél egyidejű vizkilépés nincs. További 6 mól távozik a vízzel egyidejűleg, 287°C -on, végül a maradék 2 mólnyi 382°C -nál adja le. A kerek mólarányoktól

észlelt eltérés a veszteség 1%-ánál kisebb volt. A mérés-sorozatot más eredetű mintákkal megismételve hasonló hőfok- és mólszámadatokat kaptunk, egy külföldi mintát kivéve, ahol a bomlás 400°C felett is folytatódott, törtmólnyi H_2O és NH_3 kilépésével.

1978-ban a berendezés továbbfejlesztésével az analízis reprodukálhatóságát tovább javítottuk. A korábbi, argonban végzett vizsgálatok ismétlésével a bomlási adatok kielégítő egyezéséről megbizonyosodva, most már nagy tisztaságú áramló hidrogénben folytattuk az APW és más wolframoxidok termikus vizsgálatát, ahol természetesen, már redukció is történik, amelynek lefolyása a melléktermékként keletkező víz meghatározásával jól követhető. Az APW redukтив bontásánál a folyamat az argonban észlelten azonos módon kezdődik, de a $/382-383^{\circ}\text{C}$ -nál észlelt/ legfelső csucskok lényegesen kisebbek és a bomlás 400°C és 700°C között további 3 ammónia- és vízcsuccsal, törtmólnyi mennyiségek leadásával, részletekben fejeződik be. A 700°C körüli vízcsucc egyúttal redukciólépcsőnek is tekinthető. 900°C körül fel lép a $\text{WO}_2 \rightarrow \text{W}$ folyamatnak megfelelő másik redukciócsucc is. Az ammónia magas hőmérsékleten történő kilépése azt bizonyítja, hogy erősen kötött formában, vegyületként kellett jelen lennie. Ugyanennek az ammónium-wolframbronznak elbomlásával magyarázható a vákuumbomlásnál észlelt nitrogén felszabadulás is. A dinamikus tömegspektrometriai módszer alkalmazására nagyszámu dőpolatlan és preparált wolframoxid redukcióját végeztük, ugyanebben az évben. A szárítással, 360°C -on és 850°C -on történt levegős iztitással előkészített kékoxid-mintákat $8^{\circ}\text{C}/\text{perc}$ hőfokemeléssel 1000°C -ig, vagy közbülső megszakításig redukáltuk. Számos redukciót konstans hőmérsékleten végeztünk. A vizsgálat kiegészítésére az anyagokról röntgendiffrakció- és elektronmikroszkópos felvételek készültek. A dőpolatlan "száritott" és " 360°C

előízzított" kékoxid redukciója három lépcsőben történik, a



összetételnek megfelelően, mennyiségi számításaink szerint.

A "850°C előízzított" WO_3 redukciójánál a $\text{WO}_{2,72}$ összetétel kihagyásával egy lépésben WO_2 keletkezik. Néhány esetben az ammónia felszabadulást is számítottuk: a "száritott" kék-oxidnál 400°C és 700°C között még 3 fokozatban lép ki NH_3 , mint az APW esetében, ugyanezt észleltük valamivel kisebb mértékben a "360°C hőízzított" minták redukciójánál is.

A vizsgálatokat folytatjuk; meg kívánjuk határozni, milyen ammónium-wolframbronzok bomlása okozza az észlelt gázdeszorpciót és milyen hatással van jelenlétük a redukció lefolyására és a fém tulajdonságaira.

AMMÓNIUM-METAWOLFRAMÁTOK ELŐÁLLÍTÁSA ÉS TERMIKUS BOMLÁSÁNAK VIZSGÁLATA

Benes Edina

Farkasné Jahnke Mária

Grósz Tamás

Vadasdi Károly

A wolframgyártás alapanyagául szolgáló ammónium-para-wolframát módosulatok /APT/ jól ismert, alaposan tanulmányozott vegyületek. Jóval kevésbé tanulmányozott és ismert vegyületek az un. ammónium-metawolframátok /AMT/, amelyek ipari alkalmazási lehetőséget rejtenek magukban. Bár a metawolframátok és a heteropolisavak közötti izomorfizmus lehetőségét már a század elején gyanították, az ammónium-metawolframátok szerkezetét a mai napig nem sikerült meghatározni, elsősorban azért, mert számos különböző viztartalmu módosulatuk ismeretes, amelyek szobahőmérsékleten is gyorsan átalakulnak egymásba.

Vizsgálatokat kezdtünk egyrészt különböző AMT módosulatok előállítására, alapvető szerkezeti sajátásaik meghatározására, másrészt a termikus bontás folyamatának tanulmányozására és a képződő termékek meghatározására.

Az irodalomban ismert három különböző eljárással /ioncsere, savanyítás, $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ oldása APW-ban/ AMT mintákat állítottunk elő. Röntgenporfelvételi módszerrel megállapítottuk, hogy az előállított anyagok keverékfázisok. Az AMT mintákat "impulzusszerű" hőkezeléseknek vetettük alá 300°C hőmérsékleten. Megállapítottuk, hogy a termikus bontás főbb termékei, hexagonális wolframbronz /HTB/, wolfram-trioxid, valamint az irodalomban eddig nem ismert fázis, egy piroklór típusu ammónium-wolframát.

Ez utóbbi vizben nem oldódó fázist elkülönítettük és kémiai és röntgendiffrakciós analízissel szerkezetét megállapítottuk. Kémiai összetétel: $\text{NH}_4\text{W}_2\text{O}_6/\text{OH}/$. Elemi cellája köbös; $a = 10.08 \text{ \AA}$; tércsoport: $\text{Fd}3\text{m}-\text{O}_7^{\text{n}}$. Az elemi cella két formula egységet tartalmaz. Ez az első olyan piroklór,

amely csupán NH_3 -ot, WO_3 -ot és H_2O -t tartalmaz^{1,2}.

További vizsgálataink a különböző vizeztartalmu meta-wolframát egykristályok előállítására és szerkezetmeghatározására irányulnak.

1. M. Farkas-Jahnke, T. Grosz, E. Benes, K. Vadasdi:
"Structure and transformation of $(\text{NH}_4)_2\text{WO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ "
Fourth European Cryst. Meeting, Oxford,
1977. aug. 30. - szept. 3. /Poster/ PII 144. old.
2. E. Benes, K. Vadasdi, T. Grosz, M. Farkas-Jahnke:
"A new pyrochlore-like ammonium tungstate"
J. Inorg. Nucl. Chem. /megjelenés alatt/
3. T. Grósz, M. Farkas-Jahnke, E. Benes, K. Vadasdi:
"On the structure and decomposition of ammonium
metatungstates"
Eleventh. Int. Cong. of Crystallography,
Warsaw, 1978 aug. 3-12. /Poster/
Collected Abstracts 16.2-10

KÁLIUMWOLFRAMÁTOK ÉS KÁLIUM-WOLFRAMBRONZOK RÖNTGEN-DIFFRAKCIÓS SZERKEZETVIZSGÁLATA

Klug Annamária⁺

A K_2O-WO_3 rendszer tanulmányozása során a magas WO_3 tartalmu tartományban két új kálium-poliwolframátot találtunk. Mindkettő ortorombos, HTB alapszerkezetű, négyszeres illetve ötszörös szuperrácsal.

1	2
"hexawolframát"	"oktawolframát"
$a = 7.305 \text{ \AA}$	$a = 7.302$
$b = 12.703 \times 4$	$b = 12.713 \times 5$
$c = 7.631$	$c = 7.627$
összetétel $/K_2O \times nWO_3/$	összetétel $/K_2O \times nWO_3/$
/kém. analízis/	/kém. analízis/
$n < 6.25$	$n > 6.25$

Az ötszörös szuperrácsu "oktawolframát" alaprácsát $/D^{19}_{2h} - C_{\text{mmm}}/$ és a W és oxigén atomok pozícióit egykristály-diffrakciós felvételekből meghatároztuk $/R = 0.086/$. Megállapítottuk, hogy az ötszörös szuperrács kialakulásáért valószínűleg a K atomok nem statisztikus eloszlása és a W atomok ideális HTB pozíciókból történő kismértékű elmozdulása felelős¹.

Tanulmányoztuk az "oktawolframát"-nak vákuumban kálium-wolframbronzzá történő átalakulását illetve a wolframbronz wolframáttá történő oxidációját kísérő morfológiai és szerkezeti változásokat.

⁺Jelenlegi munkahelye:

Aluterv-Fémipari Kutató Intézet

1. A. Klug: "X-ray Diffraction Studies of Potassium Polytungstates with High WO_3 Content"
Mat. Res. Bull. 12, 837-45 /1977/
2. A. Klug: "Studies of Tungsten Bronzes and Polytungstates of Potassium"
Chemical Comm. Univ. Stockholm, 7, 1-47
/1977/ Doktori értekezés
3. A. Klug: "The Transformation between Hexagonal Potassium Tungsten Bronze and Polytungstate"
J. Solid State Chem. /in press/

FÉM WOLFRAM ÉS WOLFRAMVEGYÜLETEK ADALÉKANYAGAINAK ÉS NYOMSZENNYEZÉSEINEK ANALITIKÁJA

Tekuláné Buxbaum Piroska

Az elmúlt években az üzemi technológiák ellenőrzésére szolgáló módszereket fejlesztettünk, elsősorban a hagyományos adalékanyagok és szennyezések meghatározására. Közvetlen atomabszorpciós módszerekkel lehetővé vált Na, K, Al, Si, Fe, Mo, Ca, Mg />1-5 ppm/ viszonylag gyors, rutin-szerű mérése zsugorított wolframrudakban, wolframporokban és adalékolt kénoxidban¹.

Molibdo-12-heteropolisavak extrakcióján alapuló indirekt atomabszorpciós módszert dolgoztunk ki As és P mérésére APW-ban />10 ppm/. E módszer alkalmazásával kapott első eredmények azt mutatják, hogy az üzemi APW minták As és P tartalma nagymértékben ingadozik /10-100 ppm/, és korábban igen nagy tisztaságúnak vélt minták szennyezés szintje meglehetősen magas.

Kéntartalom mérésére ionszelektív elektród alkalmazásával dolgoztunk ki mérőmódszert, amelynek alkalmazásával kimutattuk, hogy a wolframgyártási folyamat során a kén-tartalom az APW mintegy 1 ppm-es szennyezés szintjéről 20-50 ppm-re növekszik a wolframhuzalokban.

1. P. Tekula-Buxbaum: "Determination of Small Quantities of Aluminium and Silicon in Tungsten metal and Tungsten Oxides by Atomic-Absorption Spectrophotometry"

Microchim. Acta 1977 I/1-2, 145-150.

AMMÓNIUM-MOLIBDÁT ÉS AMMÓNIUM-WOLFRAMÁTOK SZENNYEZÉSEINEK ELTÁVOLÍTÁSA

Bartha László

Vadasdi Károly

Molibdén szennyezések /0.1%/ wolframból illetve wolfram szennyezések /1%/ molibdénből való eltávolítására ipari méretekben, a két elem hasonló kémiai tulajdonságai miatt csak költséges, bonyolult módszerek ismereteseek. Az ismert szabadalmi eljárások nagymolekulasúlyú aminosavak és foszforsavészterekkel történő extrakción alapulnak.

Különböző fémoxidhidrátok és bázikus fém-sók felületén a molibdát és wolframát ionok egymás jelenlétében történő megkötődését tanulmányozva felismertük, hogy alkalmas körülmények között előállított vasoxidhidrát és bázikus vas/III/ sók segítségével a wolframát ion szelektíven elválasztható a molibdát ion mellől, míg mangánoxidhidráttal és ólomoxidhidráttal a molibdát ion nagymennyiségű wolframát mellől^{1,2}.

Ezek a felismerések hatásfokuk és kivitelezésük egyszerűsége miatt ipari mértékű elválasztásra is alkalmasnak bizonyultak és jól beilleszthetők a jelenlegi üzemi APW és APMo gyártási folyamatokba.

1. Bartha L., Vadasdi K.: "Eljárás wolframnak vizoldható molibdátokból történő eltávolítására"
1977. Szabadalmi bejelentés alatt.
2. Bartha L., Vadasdi K.: "Eljárás molibdénnek oldható wolfram vegyületektől történő eltávolítására"
1977. Szabadalmi bejelentés alatt.

KÉKOXID MINTÁK NITRÓGÉN TARTALMÁNAK MEGHATÁROZÁSA

Salamon András

A wolframgyártás közbenső termékének, a kékoxidnak káliummegkötő képessége valószínűleg befolyásolja a végtermék minőségét.

^{42}K izotóppal végzett vizsgálataink felhívták a figyelmet az ammóniumbronz szerepére. Az ammóniumbronz mennyiségét a termék nitrogén tartalmának meghatározásával becsültük meg.

Nitrogén mérésére a $^{14}\text{N}/\text{d,p}/^{15}\text{N}$ nukleáris reakciót használtuk fel. A KFKI Van de Graaff gyorsítójánál a 2 MeV-es deuteron nyalábot a 2000 kPa nyomással összepréselt mintára bocsájtottuk, a "prompt" keletkezett kb. 9 MeV energiájú protonokat CsJ/Tl/ kristály és soksatornás analizátor segítségével detektáltuk. A standardizáláshoz, a mátrixhatás kimérésére, különböző sűrűségű és átlagrendszámú sztöchiometrikus nitrogént tartalmazó vegyületekről vettünk fel kalibrációs görbét.

Az eredmények egyértelműen igazolták, hogy a kékoxid-gyártás körülményei /hőmérséklet, gázösszetétel, rétegvastagság stb./ és a nitrogén tartalom összefüggést mutat.

1. Salamon A., Varga L.: "Determination of nitrogen by $^{14}\text{N}/\text{d,p}/^{15}\text{N}$ reaction"
J. Radioanal. Radiochem. Letters /megjelenés alatt/
2. L. Bartha, T. Németh, Gy. Gyarmati, A.B. Kiss,
A. Salamon, T. Szalay: "Complex studies of blues tungsten oxides"
Acta Chim. Acad. Sci. Hung. /megjelenés alatt/

EGYENSULYI RENDSZEREK KÉMIAI MODELLJÉNEK KÖZVETLEN MEGHATÁROZÁSA

Vadasdi Károly

Egyensúlyi rendszerekben jelenlévő specieszek összetételének mérési adatokból /potenciometria, optika/ történő meghatározására az irodalomban két alapvető irányzat ismeretes:

- a/ a mérési adatok csoportosítása /amennyiben lehetséges/ olyan módon, hogy a kiértékelésre kerülő adatokban egyetlen speciesz domináljon. Ilyenkor egyszerű grafikus vagy numerikus módszerekkel a speciesz összetétele meghatározható
- b/ egyensúlyi állandó számításra alapuló "trial and error" módszerek.

Nagyszámu specieszt tartalmazó, összetett rendszerek esetén /pl. wolframátok hidrolizise/, e módszerek alkalmazása számos nehézséggel jár, ezért megvizsgáltuk közvetlen kiértékelési módszerek kifejlesztésének lehetőségét.

A képződő specieszek sztöchiometrikus koefficienseinek számítási problémáját, potenciometriás adatok esetén nemlineáris programozási feladatként és mátrixsajátérték-problémaként fogalmaztuk meg, míg optikai adatok esetén mátrixsajátérték-problémaként és lineáris programozási feladatként¹.

E számítások elvégzéséhez szükséges segédmenyiségek /közvetlenül nem mérhető egyensúlyi koncentrációk/ számítására a tömegmérlegegyenletek Taylor-sorfejtésén alapuló eljárás alapjait dolgoztuk ki, amely a Hedström-McKay egyenletnél egyszerűbben alkalmazható^{2,3}.

A számítások képzeletbeli és irodalomban alaposan tanulmányozott rendszereken történő tesztelése azt mutatta, hogy lényegesen megkönnyítik az egyensúlyi modellkeresés problémáját és bonyolult iparilag is fontos rendszerekre

történő alkalmazása folyamatban van.

1. K. Vadasdi: "On Determining the Composition of Species Present in a System from Potentiometric Data"

J. Phys. Chem. 78, 816-20 /1974/

2. K. Vadasdi: "Computation of equilibrium concentration from potentiometric data without the knowledge of the equilibrium model"

To be published

3. Vadasdi K.: "A komplex egyensúlyi modell meghatározása potenciometriás és optikai adatokból"

Kandidátusi értekezés, Budapest, 1977.

HALOGÉNLÁMPÁK ELMÉLETE

Geszti Tamás

Vicsek Tamás

Kidolgozásra került egy olyan modell, amelyben az anyagtranszport a sebességhatározó folyamat, szemben a nagyon gyorsnak feltételezett kémiai reakciókkal. Ebben a modellben a transzportreakció irányát és egyéb jellegzetességeit kinetikus adatok ismerete nélkül, pusztán termodinamikai adatokból lehet számítani. A vizsgálatok főleg szén és oxigén együttes transzportjára vonatkoztak és felhívták a figyelmet a "gázfázisu titrálás" /a szén-oxigén arány kritikus értékénél fellépő éles kvalitatív változás/ jelenségére. Sikerült az Intézetben folyó radioaktiv nyomjelzős mérések félkvantitatív értelmezése is.

1. T. Geszti, T. Vicsek: "On the theory of radioactive tracer study of halogen lamps"
Acta Techn. Acad. Sci. Hung. 80, 99-107 /1975/
2. T. Geszti, T. Vicsek: "A thermodynamical study of halogen lamps with carbon additive"
J. Phys. D. 9, 903-12 /1976/

EGY UJABB KAPCSOLAT A FOLYADÉKOK PÁRKORRELÁCIÓS FÜGGVÉNYE ÉS A TERMODINAMIKA KÖZÖTT

Demendy Zoltán

A folyadékok elméletében jelenleg egyrészt a korrelációs függvény közvetlen kiszámítására törekedő modelleket vizsgálnak, másrészt pedig olyan modelleket alkalmaznak, amelyek a makroszkópos mennyiségek közvetlen kiszámítását tűzik ki célul.

Az első csoportba tartozó elméletek azt használják ki, hogy egzakt összefüggések alapján a korrelációs függvény rövid és hosszú távu részre bontható fel. A rövidtávu rész további vizsgálatán alapulnak az ismert közelítések /Percus-Yevick egyenlet, Hypernetted-Chains egyenlet, Born-Yvon egyenlet/. Ezzel kapcsolatban felmerülhet az a jogos kérdés, hogy az így kapott integrálegyenletek osztálya az elméleten belül tovább bővíthető-e? Sikerült megmutatni, hogy ez nincs így, mivel a rövidtávu részt előállító végtelen sor egyes tagjainak külön-külön nincs fizikai jelentése¹.

A második csoportba tartozó elméletek azt a tényt hasznosítják, hogy a folyadékot jól elhatárolható molekulák és a közöttük lévő hasonló átlag méretű lyuk /szabad térfogatok/ együtteseként képzelhetjük el. Ez az ún. Significant Structure Theory alapgondolata azzal a kiegészítéssel, hogy a lyukakat ideális gáznak, a molekulákat szilárdtestszerű rendszernek tekinti. Hátránya az elméletnek, hogy minimálisan öt illesztő paraméterrel dolgozik, és ezeket végül nem lehet a kölcsönhatási potenciálra visszavezetni. Ha magát a vakanciát, pontosabban azt a térrészt vesszük szemügyre, amelybe nem esik bele egyetlen molekula tömegközéppontja sem és az ilyen üreg "felfuvásához" szükséges munkát számítjuk ki az ún. Scaled Particle Theory /SPT/ alapgondolatához jutunk.

Az üreg méreteinek izoterm módon történő infinitezimális megváltoztatásához szükséges munka a $p dV$ tágulási és γdA felületi munkából tevődik össze. Ha ismerjük a γ felületi feszültségnek az üreg geometriai jellemzőitől való függését az üreg létrehozásához szükséges munka kiszámítható. A görbült felületek termodinamikájából gömb alakú üregre ez a függés ismert.

Ami ezután érdekes az az, hogy megmutatható: a k -ad rendű korrelációs függvény logaritmusa arányos egy k számú üregből álló és megfelelő méretű fört létrehozásához szükséges izoterm munkával. Érdekes eltűnődni azon, hogy a felületi feszültség görbületi sugártól való függését pusztán termodinamikai úton megkaphatjuk /a statisztikus mechanikára nem kell hivatkoznunk/ és ennek segítségével pedig rögtön egy olyan statisztikus mechanikai mennyiséghez juthatunk, amely minden termodinamikai információt tartalmaz. A két üregből álló fört vizsgálata a párkorrelációs függvényre olyan formulát szolgáltat, amelyből egy bizonyos közelítésben a kapott állapotegyenlet azonos a Percus-Yevick-egyenlet állapotegyenletével², amely az első csoport modelljeinek legjobbjika.

1. Z. Demendy: "On the classes of integral equations nonderivable by graph theory means: an improved molecular theory for classical liquid in equilibrium."

Physica 86 A /1977/ 584

2. Z. Demendy: "Scaled Cluster Theory"

To be published in Physica A.

ATOMI MOZGÁSOK FOLYÉKONY FÉMEKBEN

Geszti Tamás

Kertész János

A vizsgálatok főleg a sebességkorrelációs függvény elméleti vizsgálatára irányultak. Megmutattuk, hogy ezen függvény hosszuidejű oszcillációi a terjedő longitudinális hullámok frekvencia-hullámszám összefüggésének maximumával kapcsolatosak. Egy általánosított hidrodinamikán alapuló modellel sikerült leírni a sebességkorrelációs függvény időfüggését a kísérletekkel igen jó egyezésben és elválasztani a közeg longitudinális és transzverzális mozgásainak hatását. Ebbe a témakörbe tartozik az egyik, most megjelenés alatt álló cikkünk² a transzverzális áramkorrelációs függvény effektív-tér-elméletéről.

1. T. Geszti, J. Kertész: "Modified Alder-Wainwright model for the velocity autocorrelation function" 1976 in: Liquid metals /Bristol/ 593. old.
Ed.: R. Evans - D.A. Greenwood
2. J. Kertész: "Effective field approach to transverse correlations in simple liquids"
to appear in J. Phys. C.

FÉLVEZETŐ FŐOSZTÁLY

A FÉLVEZETŐ FŐOSZTÁLY TEVÉKENYSÉGÉRŐL

Lendvay Ödön

A Félvezető Főosztály 69 főből áll, működési területe elsősorban az $A^{III}B^V$ vegyületek és Si alapu MOS és MNOS strukturák kutatására irányul. Egy kutatócsoport felület-hullámu jelenségeket és ezek alkalmazási lehetőségeit vizsgálja dielektrikum kristályokon. Az $A^{III}B^V$ kutatások keretében a Főosztály kutatócsoportjai nagyterü jelenségeket és ezek mikrohullámu eszközökben történő felhasználását, GaAs alapu mikrohullámu eszközök technológiáját kutatja. A félvezető vegyületek területén végzett kutatómunka másik része rekombinációs jelenségek és félvezető fényforrások technológiájának és a fenti szilárdtest eszközökben lezajló folyamatoknak a megismerésére irányul. A Si alapu rétegszerkezetekben a töltéstárolás és töltésátvitel folyamatait, ezek alkalmazási lehetőségeit vizsgálják.

A fenti kutatási szerkezet a 4. és 5. ötéves tervek során alakult ki és a korábbi alapkutatási /jelenség-/ kutatás mellé eszközfizikai és fejlesztő kutatások társultak a gyakorlattal való szorosabb kölcsönhatás biztosítására. A kutatások részben a Szilárdtestek Kutatása Országos Főirányhoz tartoznak, részben hazai és külföldi intézményekkel kötött megállapodások részei. Az OMFb-vel, KGM-mel és a KGM-hez tartozó vállalatokkal kötött kutatási-fejlesztési

megállapodások mellett igen nagy jelentőségű az a nemzetközi együttműködés, mely félvezető fényforrások területén jött létre az NDK egyik nagyvállalata; a Werk für Fernseh-elektronik /Berlin/ és a Főosztály között. A kutatási területek bővülése, a külső megbízások növekedése a jelenlegi ötéves terv során a kutatási volumen közel megkétszereződésével járt anélkül, hogy a létszám jelentősen emelkedett volna. Jelenleg a Főosztály kutatásainak 60%-át saját bevételeivel fedezi.

A széleskörű kutatási és fejlesztési munkát az teszi lehetővé, hogy a felsorolt területeken a Főosztály kutatói évtizedes tapasztalatok felhasználásával dolgozhatnak. Mind a klasszikus félvezető kutatás, mind a lumineszcencia kutatása hosszú hagyományokra tekint vissza az Intézetben és az Intézet elődeinél. A két terület összeolvadása és az alapkutatási eredmények továbbfejlesztése és felhasználása hozta létre a jelenlegi szerkezetet, melyben alap-, alkalmazott és fejlesztő kutatások szerves egységben fordulnak elő. Ma már nem ritka az a jelenség, hogy éppen a konkrét eszközök előállítására irányuló fejlesztő tevékenység vet fel mély természettudományos kérdéseket, melyek megválaszolása nélkül nem lehet továbbhaladni. A gyakorlati és eszközfejlesztési tevékenység serkentően hatott a tudományos fokozatok megszerzésében és a szabadalmi, publikációs tevékenységben is.

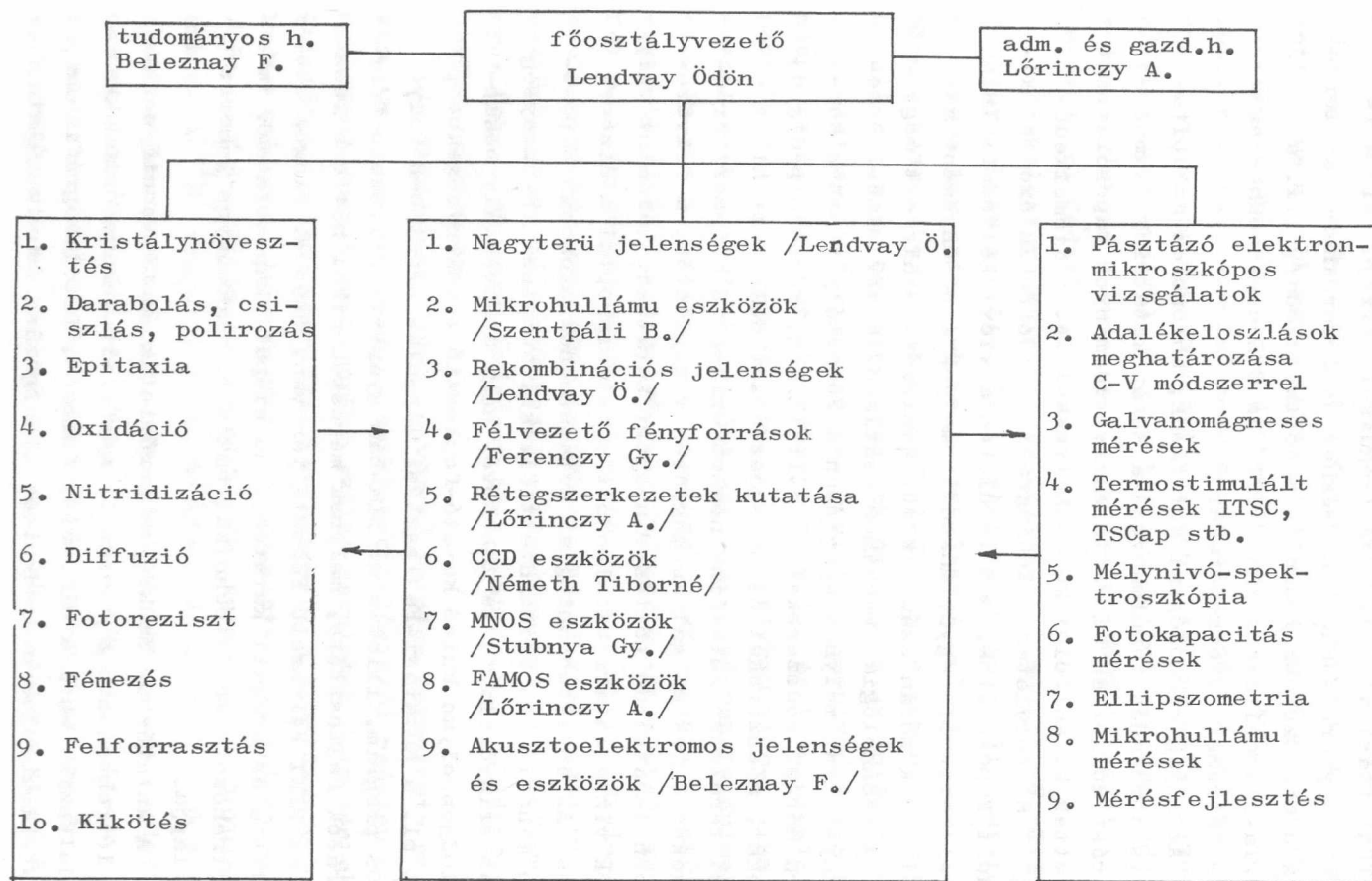
Az Intézetben folyó félvezető kutatás természete megkívánja, hogy az anyag és eszköztechnológiától egészen a megbízhatósági vizsgálatokig széles területen dolgozzanak kutatóink. Anyagtechnológiai kutatásaink a kristálynövekedés különböző lehetőségeinek vizsgálatára és epitaxiális /gőz és folyadékfázisu/ felnövekedés kutatására irányulnak az $A^{III}B^V$ vegyületek családjában. Jelentősek azok a technológiai tapasztalatok és kutatási eredmények, melyeket dielektrikumrétegek $/SiO_x, SiO_2, Si_3N_4$ stb./ Si-ra történő felnövesztésében szereztünk. Ezeknek az anyagtechnológiai kutatásoknak egy-egy eszköz alapstruktúrájának

az előállítás a célja, segítségükkel állítjuk elő a félvezető fényforrásokhoz /LED-ekhez és lézerekhez/, a mikro-hullámu eszközökhöz /Gunn és Schottky-dióda/, ill. a memória-alapcellákhoz /MNOS FET/ és CCD eszközökhöz szükséges félvezető szerkezeteket.

Az anyagtechnológiai kutatások, különösen az epitaxiális növekedés tanulmányozása során kutatóink számos új eljárást dolgoztak ki és intenzív tudományos kapcsolatokat építettek ki külföldi kutatóhelyekkel is. Kiemelkedőek A^{III} B^V területen a leningrádi Joffe Intézettel kialakult kapcsolatok, MOS területen a kievi Félvezető Intézettel létrejött együttműködés, melyek eredményeként az elmúlt évek során számos közös közlemény született meg.

A technológiai munkához csatlakozik egy minősítő tevékenység is, melynek keretében a Főosztály részben korszerű mérési módszereket honosított meg, részben pedig új elveket, módszereket és berendezéseket dolgozott ki. A fenti területen kutatóink nemzetközileg is elismert eredményeket értek el galvanomágneses vizsgálatok, a félvezetőkben lejátszódó töltéstranszport kutatása, valamint mély-nívók vizsgálatára kidolgozott spektroszkópiai módszerek terén. Az anyagtechnológiai kutatásokhoz szorosan kapcsolódó minősítő és szilárdtest fizikai kutatási tevékenység magas színvonala tette lehetővé, hogy a Főosztály bekapcsolódjon olyan külső kutató-fejlesztő tevékenységekbe, mint pl. a Kutatási-Fejlesztési Társulás keretében folyó FAMOS program, illetve az NDK-ban gyártott félvezető fényforrások fejlesztése, melynek mérés technikai háttere részben az MFKI Félvezető Főosztályán van. Számos, rangos szocialista és nyugati kutatóhelyen kiépült kapcsolatnak is a létrehozott mérés technikai bázis és tudományos ismeret az alapja.

A kutatáshoz szükséges mérőminták és félvezető eszközök létrehozására a Főosztály megfelelő laboratóriumokkal rendelkezik, ahol a diffúzió, fémzés, fotolitográfia és eszköz kiszerelés módszereinek kidolgozása és vizsgálata



folyik. Ezek a laboratóriumok teszik lehetővé, hogy az egyes témacsoportok által létrehozott tudományos eredmények eszközként is létrejöhessenek. A mellékelt táblázat a Főosztály működési felépítését a témák, a technológiai műveletek és a mérési módszerek áttekintésével szemlélteti.

Nemzetközi kapcsolatok 1977-ben

SzUTA Joffe Műszaki Fizikai Kutató Intézete, Leningrád	/Elektroluminiscencia, akusztoelektromos jelenségek/
SzUTA Szibériai Részleg Félvezetőfizikai Intézet, Novoszibirszk	/Elektronjelenségek MIS rendszerekben/
UTA Félvezető Intézet, Kiev	/Elektronjelenségek MIS rendszerekben/
SzUTA Radiotechnikai és Elektronikai Intézet, Moszkva	/Akusztoelektromos jelenségek/
GIREDMET, Moszkva	/A ^{III} B ^V félvezetők kutatása/
WF, Berlin	/A ^{III} B ^V félvezetők kutatása/
UNITRA, Varsó	/Vizsgálati módszerek, egyedi műszerek/
Lund Inst. of Technology, Dept. of Solid State Physics	/A ^{III} B ^V típusu félvezetők fizikája/
CISE, Milano	/GaAs alapú félvezető eszközök előállítása és diagnosztizáló mérései/
Pármai Egyetem Fizikai Intézet MASPEC /CNR/, Párma	/Többkomponensű félvezetők fizikai tulajdonságainak vizsgálata/.

KONTAKTUSKUTATÁSOK GaAs GUNN-SZERKEZETEK BEN

Andrási Andorné

Barna Árpád⁺

Barna B. Péter⁺

Beleznay Ferenc

Gergely György⁺

Görög Tamás

Gutai László

Lendvay Ödön

Mojzes Imre

Nádor Csabáné⁺⁺

Pődör Bálint⁺⁺⁺

Püspöki Sándorné

Radácsi Jánosné

Rónainé Pfeifer Judit

Sebestyén Tibor

Stark Gyula⁺

Szentpáli Béla

Szép Iván

Szigethy Dezső⁺

Tánczos Zoltán⁺⁺⁺⁺

1. Bevezetés

Az 1964-ben felfedezett Gunn-jelenség lehetővé tette igen kis zaju, koherens, mikrohullámu rezgésforrás előállítását /a Gunn-diódát/ kisméretű, homogén szilárdtest felhasználásával. A szilárdtest eszközök nagy megbízhatósága, kis mérete és az egyéb félvezető berendezésekkel való kompatibilitása miatt a mikrohullámu frekvencia-tartományban is megkezdődött a félvezető aktív elemek térhódítása. A hazai mikrohullámu ipar fejlettsége fontossá tette, hogy a korszerű félvezető elemek hazai gyártását is megteremtsük. A Szilárdtestek Kutatása Főirány középtávu tervében a félvezető kutatás témakörében az A^{III}B^V típusu félvezető elemek kutatása, köztük a mikrohullámu funkcionális elemekhez szükséges GaAs strukturák előállítása is szerepel.

Jelenlegi munkahely:

⁺ Szerkezetkutatási Főosztály

⁺⁺ Eü. Min.

⁺⁺⁺ MTA Kristályfizikai Intézet

⁺⁺⁺⁺ MIKI

A Szilárdtestfizikai Komplex Bizottság ezt az igényt újra hangsúlyozta a hazai szilárdtestkutatások helyzetéről és feladatairól összeállított tanulmányban.

Az MTA Műszaki Fizikai Kutató Intézetében a Gunn-jelenség és -diódák kutatása 1972-ben kezdődött részben akadémiai támogatással, részben a TKI-val, illetve a KGM-mel kötött szerződések keretében.

2. Technológiai eredmények

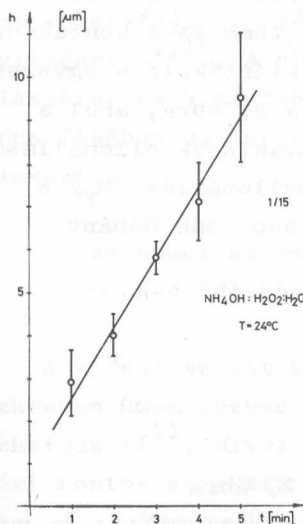
Egyes anyagok, köztük elsősorban a GaAs, olyan sáv-szerkezettel rendelkeznek, hogy a vezetési sáv legalsó minimumán kívül, attól nem nagy távolságban további minimumok helyezkednek el. Ez utóbbi minimumokban az effektív tömeg lényegesen nagyobb, mint a főminimumokban. Nem túl magas hőmérsékleteken a mellékminimumokban elektronok nincsenek. Ha az ilyen anyagban nagy elektromos térerősség uralkodik, az elektronok átlagos energiája megnő és egy elektronátmenet jön létre, és az állapotsűrűségek viszonya miatt gyakorlatilag valamennyi nagy energiájú elektron a kisebb mozgékonyaságú állapotba kerül, az elektronok mozgékonyasága lecsökken. Így az áramsűrűség-térerősség karakterisztika negatív differenciális ellenállást mutat. A negatív differenciális mozgékonyaság miatt az anyagban nagyterű domén alakul ki, amely közel az elektronok maximális drift sebességével, vagyis kb. 10^7 cm/s sebességgel halad a mintában, és a külső körben áramingadozást, oszcillációt okoz. Ahhoz, hogy az áramingadozás alakja és a nyerhető mikrohullámu teljesítmény optimális legyen, a félvezetőben lévő töltéshordozó koncentrációt és a minta hosszát megfelelőnek kell választani. GaAs esetében egy 10 GHz-es diódára $2 \cdot 10^{15}$ cm⁻³ koncentráció és 10 μ m mintahossz adódik. Az ilyen koncentrációju GaAs fajlagos ellenállása kb. 1 ohmcm. A fajlagos ellenállásból és a munka-

ponti térerősség értékéből a minta egységnyi térfogatában disszipált Joule-hő is meghatározható /esetünkben kb. $2 \cdot 10^7 \text{ W/cm}^3$ /. Ezenkívül veszteséget okoz a kontaktusellenálláson disszipált teljesítmény is. Ez egyrészt rontja a dióda hatásfokát, másrészt a fémkontaktus túlmelegedése miatt a dióda degradációjához vezethet. Külön problémát okoz, hogy az alkalmazandó nagy térerősség közel van ahhoz a térerősséghez, amely lavina letöréshez vezet, így a kontaktustartományokkal és a dióda felépítésével szemben a következő feltételeknek kell teljesülnie:

- a/ Kevés idegen anyag /nem domináns donor atom/ legyen az aktiv tartományban és az adalékolás homogén legyen. Egyébként a letörés alacsonyabb térerősségen jön létre, vagy az esetleges rekombinációs centrumokon olyan nagy energia felszabadulás jön létre, hogy az anyag lokális felmelegedése miatt a jelenség megszűnik, esetleg az anyag tönkremegy.
- b/ A kontaktusok ohmikusak kell hogy legyenek, egyébként injektálással a töltéshordozók száma megváltozik. Ez a nagy térerősség miatt különösen jelentős lehet.
- c/ A gyakorlati elrendezésben igen jó hőelvezetésről kell gondoskodni a félvezető gyakorlatban szokatlanul nagy teljesítménysűrűség miatt.
- d/ A kontaktus áram-feszültség karakterisztikája az origóra szimmetrikus legyen. Így a kontaktus mind anód, mind katódkontaktusnak megfelel.
- e/ A kontaktusokkal szemben külön követelménycsoportot jelent az, hogy nagy megbízhatóságu félvezető eszközökben kívánjuk alkalmazni azokat. Ezért elengedhetetlen, hogy jól tapadjanak az alapkristályhoz, időben stabilak legyenek és megfelelő zajtúlajdonsággal rendelkezzenek. Fontos az egyszerű - a technológiai paraméterekre nem érzékeny - előállíthatóság is.

E követelményrendszernek kísérleteink szerint legjobban az AuGeNi összetételű kontaktus rendszer felel meg.

Végeztünk kísérleteket gőz és folyadékfázisú módszerrel előállított szeleteken¹. A kontaktusrendszer kialakulásában fontos szerepet játszik a párologtatás előtti felületelőkészítés². A felületelőkészítési folyamat optimalizálható. A felületelőkészítés során lemart réteg vastagságát mutatja az 1. ábra.



1. ábra

A felületről eltávolított réteg h vastagsága különböző t marási időkre

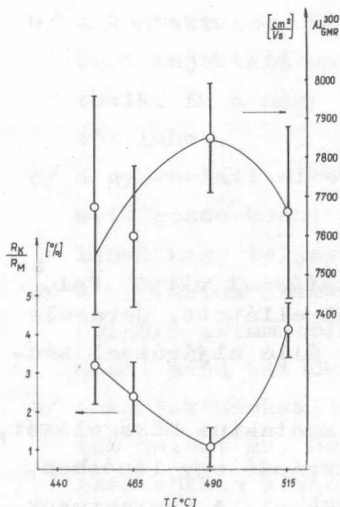
A kontaktusrendszert vákuumpárologtatással vittük fel.³

A felpárologtatott réteggel ellátott, darabolt szeletet új, szabadalmaztatás alatt álló eljárással szeleltük ki^{3,4}.

Az eljárás lényege az, hogy a kontaktus hőkezelését, az alsó és felső érintkező kiforrasztását egy lépésben, egyetlen rövid hőimpulzussal végezzük el. A kontaktusok kialakítására többféle módszert dolgoztunk ki. A vékonyfázisú epitaxiás módszer lehetővé teszi megfelelő vastagságú és minőségű kontaktusrendszer előállítását^{4,5}.

3. Méréstechnikai eredmények

Mint a fentiekben utaltunk rá, a kontaktusellenállás csökkentése a kontaktuskutatás egyik fő célja. A kontaktusellenállás mérésére több módszert ismertetnek az irodalomban. E módszerek hátránya, hogy általában külön próbadarabot igényelnek, kiértékelésük nehézkes. Új módszerünk, a szögfüggő geometriai mágneses ellenállás változás /MR/ segítségével történő mérési eljárás került kifejlesztésre⁷. Segítségével elkülöníthető a félvezető tömb és a kontaktus ellenállása, a mérés automatizálható, kiértékelése egyszerű. Jellemző mérési eredményt mutat be a 2. ábra, ahol a különböző hőmérsékleteken hőkezelt kontaktusok ellenállását mutatjuk be. Látható, hogy a kontaktusellenállás R_K a mintaellellállásnak R_M optimális esetben csak néhány százaléka.



2. ábra

A kontaktusellenállás és a geometriai mágneses ellenállás változás segítségével mért mozgékonyág függése a hőkezelési hőmérséklettől

A mérés eredményeképpen meghatározható a GaAs rétegben a töltéshordozók mozgékonyága is, amely jó kontaktusok esetén geometriai mágneses ellenállásváltozás segítségével kész diódán is meghatározható. A mozgékonyág hőfokfüggéséből

meghatározhatók a szórási mechanizmusok.

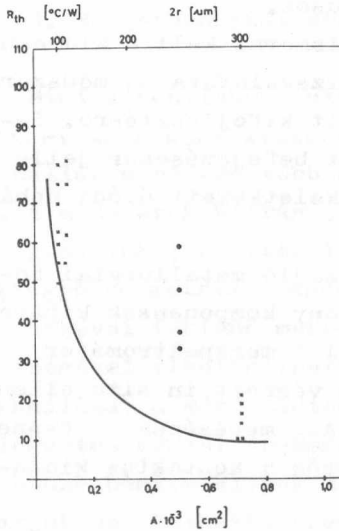
A jó kontaktus kialakításához ismerni kell a kialakuláskor lezajló folyamatokat. Ezek vizsgálatára új módszer - az in situ ellenállásmérés - került kifejlesztésre. Segítségével már a hőkezelési folyamat befejezésekor jellemezhető a kialakult kontaktus és a keletkezett dióda néhány tulajdonsága.

A kontaktusok hőkezelésekor lezajló metallurgiai folyamatokra ad információt az illékony komponensek kipárolgási sebességének mérése kvadrupól tömegspektrométer segítségével^{9,10}. A hőkezelés során végzett in situ ellenállásmérés és a mintából kipárolgó As_2 mérésének összekapcsolásából új információk nyerhetők a kontaktus kialakulásáról.

4. Az ohmos kontaktusok alkalmazása nagyteljesítményű Gunn-diódákban

A kifejlesztett kontaktus végső minősítését a kész eszközben üzem közben mutatott tulajdonságok alapján végezhetjük el¹¹. Mivel a dióda egy sor paramétere hőfokfüggő, ezért fontos az aktív tartomány hőmérsékletének meghatározása. A 3. ábra különböző átmérőjű diódák hőellenállását mutatja be.

Az alkalmazás során fontos új követelmények: zaj, megbízhatóság, stabilitás kerülnek előtérbe². A laboratóriumi technológia segítségével előállított X-sávu diódáink teljesítménye 150-300 mW, hatásfokuk 1,5-3% között volt. A 4. ábrán az eszközökből nyerhető mikrohullámu teljesítmény /P/ maximálisra normált értékét, a hatásfokot η és az első 1000 órában észlelt átlagos élettartam t_a függését mutatja be a hőkezelési hőmérséklet függvényében.

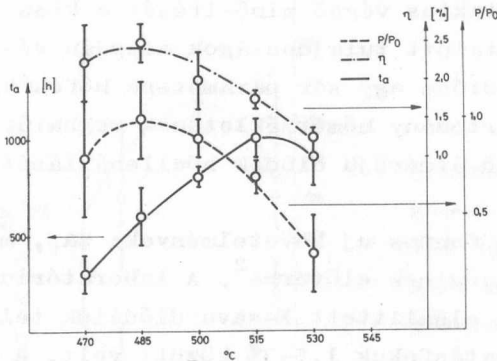


3. ábra

A hőellenállás az eszközát-
mérő függvényében

— elméleti érték

x, o mért érték

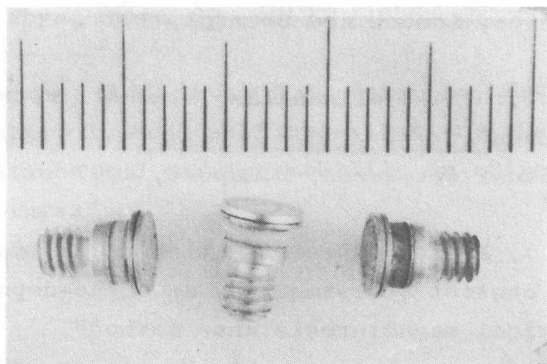


4. ábra

A hőkezelési hőmér-
séklet hatása az
eszköz paramétereire

A diódák tartós terheléses vizsgálata segített felderíteni a meghibásodások okát, amely legtöbb esetben a kontaktus degradációja².

Végezetül az 5. ábrán bemutatjuk az MTA MFKI-ben előállított nagyteljesítményű Gunn-diódák képét.



5. ábra

Az MFKI-ban előállított nagyteljesítményű
Gunn dióda képe

1. T. Görög, E. Lendvay: "Epitaxial growth of III-V semi-conductors from vapour phase"
Acta Physica, 44 /1978/ p. 13.
2. I. Mojzes: "Technology investigations of Gunn Diodes"
Proc. IVth Nat. Conf. Microwave Solid State
Electronics, Gdansk, 1977. pp. 87-92
3. Barna Á., Barna B.P., Beleznav F., Mojzes I., Stark Gy.:
Szolgálati találmány, Bejelentve 1975. szept.
száma: MA-2718
4. Mojzes I.: "GaAs-alapu 7-10 GHz frekvenciájú Gunn-diódák
méréstechnikája"
Egyetemi doktori értekezés, BME, 1977.

5. Sebestyen T., Hartnagel H., Herron L.: "New design criteria of Gunn-diode contacts"
Inst. Phys. Conf. Ser. No. 24. pp. 77-88, The Inst. of Physics, London and Bristol, 1975.

6. Sebestyen T.: "Kiss ellenállásu átmeneti rétegek gallium-arzenidben",
Kandidátusi értekezés, Buďapest, 1977

7. L. Gutai, I. Mojzes: "Determination of semiconductor-metal contact resistance by an angle-dependent geometrical magnetoresistance method"
Applied Physics Letters, 26, No. 6. pp. 325-326 /1975/

8. Mojzes I.: "Formation of AuGe Contacts to n-GaAs"
phys. stat. sol. /a/ 47, pK 183-K185 /1978/

9. Sebestyen T., Menyhard M., Szigethy D.: "In situ measurements of arsenic losses during annealing of the usual evaporated contacts of GaAs Gunn diodes"
Electr. Letters, 12, pp. 96-97 /1976/

10. D. Szigethy, T. Sebestyen, I. Mojzes, G. Gergely:
"Study of the arsenic and phosphorus losses during annealing of metal contacts on GaAs and GaP"
Proc. 7th Int.Vac.Congr. and 3rd Int.Conf.Solid Surfaces /Vienna, 1977/ Vol.III., p. 1959-1961 /1977/

11. András Ané, Barna Á., Barna B.P., Beleznyay F.,
Mojzes I., Pődör B., Sebestyén T., Stark Gy.,
Szentpáli B., Szép I.: "GaAs alapu Gunn-diódák a 7-10 GHz-es frekvenciasávra"
Híradástechnika XXVIII., No. 2., pp. 33-64, 1977.

12. L. Gutai, T. Görög: "Electrical Characterization of GaAs epitaxial layers grown onto a conductive substrate"

Acta Phys. Hung. 44, 69-77 /1978/

13. B.V. Morozov, E.M. Skok, A.A. Velichko, E.V. Ivanov;
L. Gutai, I. Mojzes: "Investigations of contact resistance and carrier mobility in epitaxial n^+-n structures"

Thin Solid Films, 36 /1976/ 419-422

GaAs ALAPU SCHOTTKY-DIODÁK KUTATÁSA

Andrási Andorné

Sebestyén Tibor

Görög Tamás

Szentpáli Béla

Mojzes Imre

Tánczos Zoltán⁺

A félvezető anyagok technológiájának és a korszerű vákuumtechnikának a fejlődése a 60-as években tette lehetővé jóminőségű fém-félvezető /Schottky-/ diódák létrehozását. Ezután intenzív kutató-fejlesztő munka indult meg az ilyen szerkezetű diódák vizsgálata és alkalmazása terén. Az elnevezés onnan származik, hogy ezen diódák elméletét még W. Schottky dolgozta ki 1939 körül. Az akkor alkalmazott rézoxid és szelén egyenirányítók, illetve tüss diódák viselkedése viszont nagyon kevésbé közelítette meg az ideális fém-félvezető diódákét.

Intézetünkben két célból foglalkozunk GaAs epitaxiás rétegeken létrehozott fém-félvezető diódákkal. Az egyik ezek közül az, hogy e diódák kapacitásának feszültség-, hőmérséklet- és idő- illetve frekvenciafüggése igen sok információt ad a félvezető kristály adalék- és szennyező-anyagainak koncentrációjáról, a koncentráció térbeli eloszlásáról és ezen anyagok, illetve szennyezési centrumok fajtájáról.

A másik célunk ezen szerkezetek technológiai kutatásával az, hogy mikrohullámu detektor illetve keverő diódákat fejlesszünk ki. Ez a munka szorosan kapcsolódik a hazai mikrohullámu berendezés és műszergyártó iparhoz, ezen eszközök kifejlesztése magasszintű technológiát reprezentáló, jelentős tőkés import kiváltását teszi lehetővé.

A Schottky-diódák áramvezetése nyitó, illetve kis zárófeszültségek esetén az alábbi egyenlettel írható le:

⁺

Jelenlegi munkahely: MIKI

$$I = I_0 \left\{ \exp\left(\frac{qV}{\eta kT}\right) - 1 \right\}$$

ahol I = a dióda árama

I_0 = téritési áram

V = feszültség

k = Boltzmann-állandó

T = abszolút hőmérséklet

q = az elektron töltése

A formulában szereplő η dimenzió nélküli paraméter a dióda un. idealitási faktora. Értéke jó minőségű diódák esetén a fém anyagától, a félvezető adalékkoncentrációjától és a hőmérséklettől kismértékben függ ugyan, de minden esetben 1,0 és 1,1 közé esik. 1,1-nél nagyobb értékű η paraméter már általában az exponenciális nyitókarakterisztika torzulásával is jár és arra utal, hogy a fém és félvezető között vastag /néhány atomsornál vastagabb/ dielektrikum /általában oxid/ réteg van. Ebben az esetben ugyanis az áramvezetést már nem a félvezető felületi rétegében lévő potenciálgát határozza meg, hanem a töltéshordozók alagutjelenséggel való átjutása a vastag oxidrétegen. Az η paraméter valamennyi mikrohullámu jellemző értékét is befolyásolja. A dióda nyitó irányú előfeszítését növelve a diódaegyenletben szereplő exponenciális növekedés hamar jóval nagyobb lesz, mint a konstans tag

$/V \geq 4 \frac{\eta kT}{q} \approx 0.1 V$ esetén a konstans tag már csak az

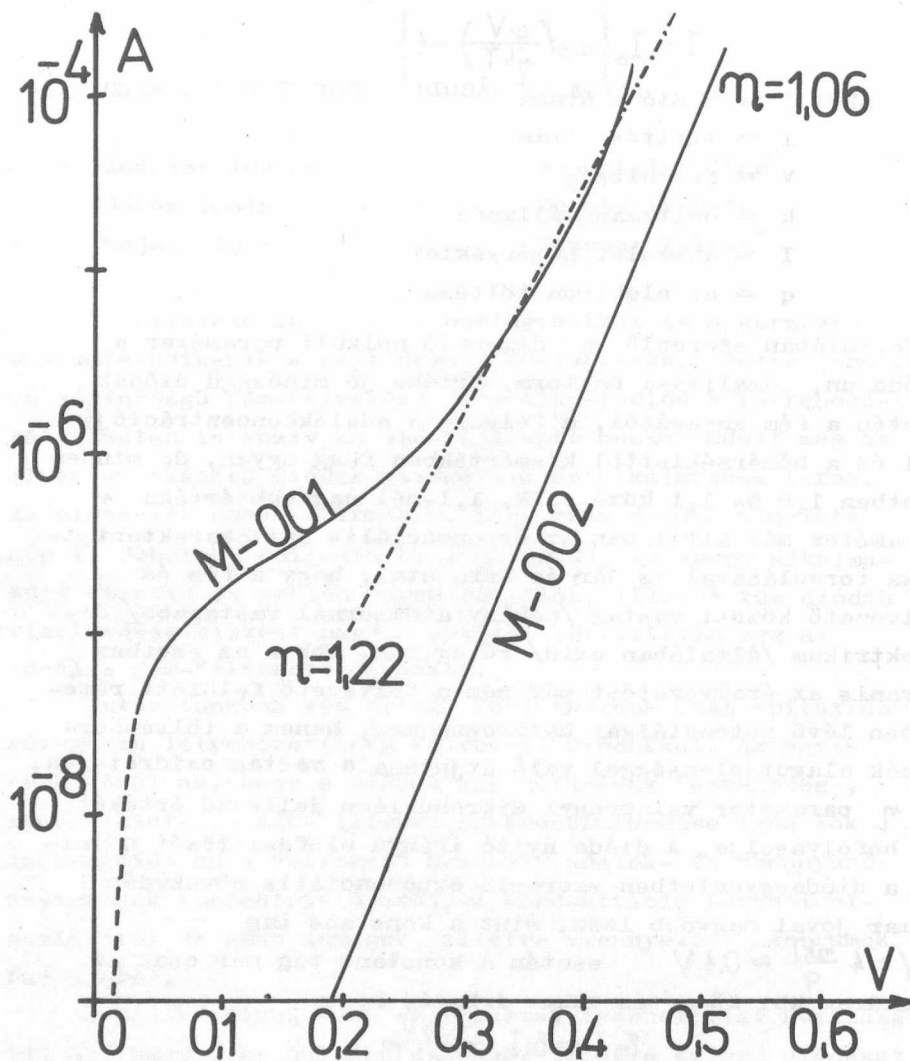
összáram kb. 2%-a/ és ekkor írható, hogy

$$\ln I = \ln I_0 + \frac{qV}{\eta kT}$$

Tehát a log I - V karakterisztika meredeksége jellemző a dióda idealitására, tengelymetszete pedig I_0 -t adja. I_0 értéke a dióda potenciálgát magasságára jellemző, az alábbi formula szerint:

$$I_0 = A^* T^2 \exp \left\{ -\frac{\Phi_B}{\eta kT} \right\}$$

ahol Φ_B a potenciálgát magassága, A^* pedig az un. effektív Richardson-konstans, értéke n -tipusu GaAs esetén kb. $8 \text{ A/cm}^2 \text{ K}^2$.



1. ábra

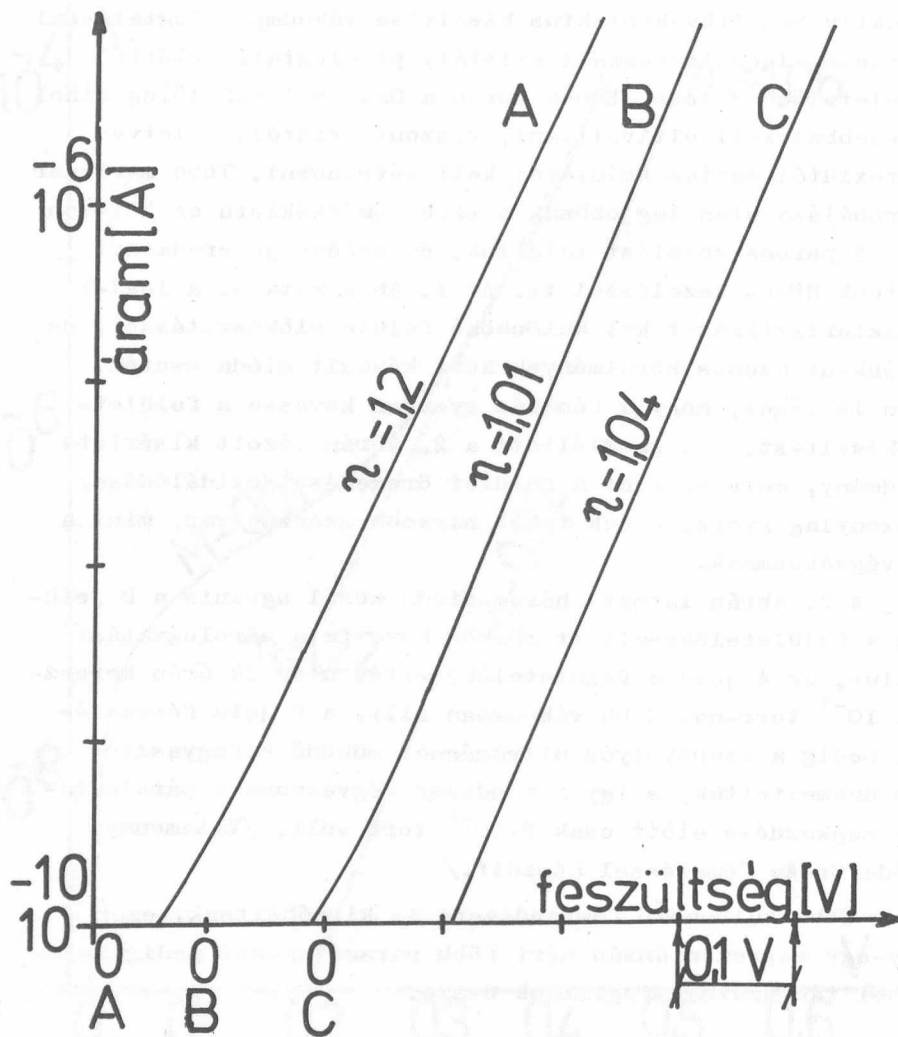
Az M-001 $\eta=1,22$ / és M-002 $\eta=1,06$ / diódák nyitóirányú log I-V karakterisztikái. Az M-001 dióda felületelőkészítése $\text{H}_2\text{O}:\text{H}_2\text{O}_2:\text{NH}_4\text{OH}$ 20:4:1 arányú oldatában, míg az M-002 diódáé cc HCl-ben történt. A technológia egyéb paraméterei változatlanok. A diódafém anyaga: Ni, mely kontaktmaszkon keresztül lett párologtatva.

Az aktiv Schottky-kontaktus készítése vákuumpárolgattatással történik. Igen lényeges a kristály párolgattatás előtti felületelőkészítése. Ennek során a GaAs-ból lehetőleg minél kevesebbet kell eltávolítani, viszont oxidtól, illetve hidroxidtól mentes felületet kell létrehozni. Több marószert kipróbálása után legjobbnak a szobahőmérsékletű cc HCl-ben való 5 perces kezelést találtuk. Hasonlóan jó eredményt kaptunk HF-es kezeléssel is. Az 1. ábra mutatja a $\log I-V$ karakterisztikákat két különböző felületelőkészítéssel, de egyébként azonos körülmények közt készült dióda esetén. Igen lényeges, hogy a fémzés gyorsan kövesse a felületelőkészítést, ezt szemlélteti a 2. ábrán vázolt kísérleti eredmény, mely szerint a felület öregedése /oxidálódása/ viszonylag gyors, ennek tehát nagyobb szerepe van, mint a jó végvákuumnak.

A 2. ábrán látható három dióda közül ugyanis a B jelűnél a felületelőkészítést rögtön követte a párolgattatási ciklus, az A jelű a felületelőkészítés után 24 órán keresztül 10^{-1} torr-nál jobb vákuumban állt, a C jelű fémzésénél pedig a cseppfolyós nitrogénnel működő kifagyasztót nem üzemeltettük, s így a rendszer végvákuuma a párolgattatás megkezdése előtt csak $2 \cdot 10^{-6}$ torr volt. /Valamennyi dióda Cr-Au fémzéssel készült./

Több különböző fémrendszert is kipróbáltunk, ezek egy-egy reprezentánsán mért főbb paramétereket pedig az alábbi táblázatban foglaljuk össze.

η	Kontaktusfém anyaga	Párolgattatás előtti vákuum [torr]
1,26	Pt	$3 \cdot 10^{-6}$
1,06	Ni	$3 \cdot 10^{-7}$
1,03	300 Å Cr + 1500 Å Au	$3 \cdot 10^{-7}$
nem exp.	Al	$2 \cdot 10^{-6}$
1,62	500 Å Ti + 1000 Å W	$1 \cdot 10^{-5}$



2. ábra

Három különböző módon készült Schottky-dióda log I-V karakterisztikája. A B jelű az optimális technológiával készült, az A jelű a felülettisztítás után 24 órán át vákuumban állt, a C jelűt pedig a szokásosnál rosszabb vákuumban állítottuk elő.

Bár technikai okokból nem mindegyik fémrendszer készült azonos körülmények között /ez a végvákuum értékekből is látszik/, a Ni és a Cr-Au diódák lettek a legjobbak. A Cr-Au rendszert választottuk a további kísérletekhez. Ugyanis ez egyrészt könnyen párologtatható, másrészt kémiai marással is jól kezelhető.

A két réteg közül a felső Au a termokompresszióval való kiszerezhetőséget biztosítja. A Cr réteg azért szükséges, hogy a kiszerezés során az Au ne ötvöződjön bele a GaAs-be. /Ez a beötvöződés különben már 110 ... 150°C hőmérsékleten megtörténne./ Az aktiv kontaktus természetesen a Cr és a GaAs között jön létre. A Pt, Ni és Al esetén nem áll fenn ilyen alacsony hőmérsékletű beötvöződés veszélye.

Összefoglalva megállapíthatjuk, hogy sikerült kidolgoznunk a GaAs alapú Schottky-diódák készítésének technológiáját, és így megteremtettük a kiinduló bázisát a fém-félvezető átmenetet tartalmazó félvezető eszközök előállításának.

MÉLYNIVÓ SPEKTROSZKÓPIA A^{III}B^V ANYAGOKBAN

Ferenczi György

Somogyi Mária

Kiss József

Szentpáli Béla

Temesvári Tamás

A tértöltés spektroszkópiai vizsgálatokat a következő célkitűzések érdekében végeztük:

1. n-típusú adalék szennyezők /Te, Se, S/ tulajdonságainak vizsgálata GaAs, GaAsP és GaP epitaxiális rétegekben.

2. Az Intézetben előállított epitaxiális rétegek /GaAs, GaP, GaAsP, GaAlAs/ háttérszennyezőinek kimutatása /pl. Cu, O, Fe, Cr és kémiaiilag nem azonosított feltehetőleg native hibák/.

3. Világító diódák degradációját befolyásoló folyamatok, pl. nem sugárzásos rekombinációs centrumok keletkezésének vizsgálata.

E kutatási feladatok teljesítése érdekében jelentős metodikai fejlesztésre volt szükség. Az Intézetben régóta eredményesen alkalmazott termostimulált áram- és kapacitás-mérések mellett bevezettük és sikeresen alkalmaztuk az un. admittancia-spektroszkópiát.

Az irodalomban legeredményesebb eljárásként elfogadott un. mélynivók tranziens spektroszkópiája /DLTS/ módszert két különböző méréstechnikai változatban valósítottuk meg. Közvetlen befejezés előtt áll a fotokapacitásmérés megvalósítása is.

Kutatásaink a következő eredményekhez vezettek:

1. Részletesen megvizsgáltuk lokális nivók hatását a tértöltési tartomány kapacitásának hőmérsékletfüggésére.

2. Sikeresen egy konzisztens képet adunk, mely a mérőjel frekvenciájának és a minta hőmérsékletének a függvényében egységesen leírja a szennyezőnivók hatását a minta differenciális kapacitására.

3. Különböző As/P arány esetén vizsgáltuk a sekély

donor szennyezők alapállapot energiáját GaAsP-ban admittancia-spektroszkópiával. Elsőként sikerült kimutatni, hogy a nem ekvivalens vezetési sáv minimumaihoz kapcsolódó alapállapotú energiák a direkt-indirekt átmenet környezetében kettős kötött állapotot hoznak létre.

4. Ugyanezen admittancia-spektroszkópia segítségével GaAs sekély donor szennyezőinek aktivációs energiáit határoztuk meg.

5. Mérési módszerünk elegendően érzékeny volt különböző sekély donor szennyezések szétválasztására. Ez nem-optikai módszerekkel először sikerült.

6. GaAlAs-ben a sekély donor szennyezés mellett kimutattunk egy kb. 100 meV mély nivót, melynek befogási hatáskeresztmetszete 300 K-en 10^{-17} cm², míg 77 K-en 10^{-29} cm². Ez a nivó az irodalomban DX centrum elnevezéssel az utóbbi idő egyik legtöbbet kutatott szennyezése. További vizsgálata feltehetőleg a nem-sugárzásos rekombinációs átmenetek fizikai modelljének megalkotására vezet.

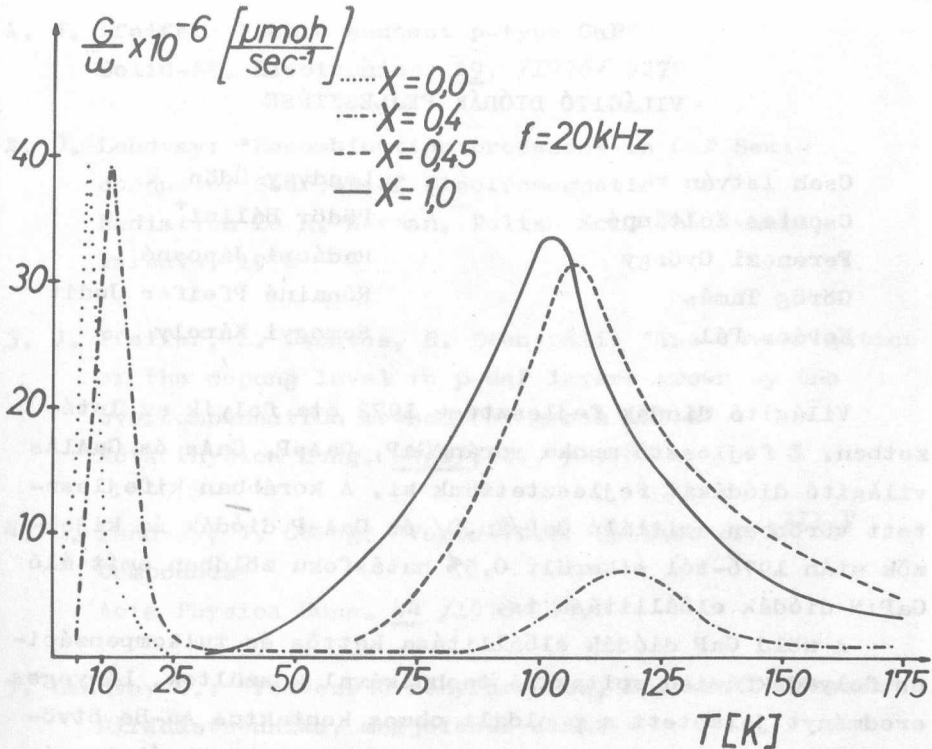
1. G. Ferenczi, J. Kiss, M. Somogyi: "Investigation of Resonant and Bound States in the GaAs_{1-x}P_x/Te/ System by a Capacitance-Conductance method"

Talk given at the XIII International Conference on the Physics of Semiconductors, Roma, 30.8-3.9 1976 and published in the Proceedings, p. 783, 1977

2. G. Ferenczi, J. Kiss, M. Somogyi: "Remarks on Space-Charge Spectroscopy; An Analysis on the Temperature Dependence of the Junction Capacitance"

Talk given at the Workshop Seminar on the Physics and Technology of A^{III}B^V Optoelectronic Devices, Berlin, 8-12, Nov. 1976 and to be published in Acta Physica Hung. 44/1/, 103, 1978

3. G. Ferenczi: "Space-Charge Spectroscopy-A Tool to Investigate Deep Levels"
Invited talk at the 6. Tagung "Physik und Elektronik", Berlin 14-17 Nov. 1977. and to be published in the Proceedings, 1978
4. B. Szentpáli: "Deep levels in Semiconductors Vth International Summer School on Lattice"
A teljes anyag megjelent a proceedings-ben Polish Scientific Publishers Warszawa-Lodz 1978, p. 267-272
5. A.N. Imenkov, B. Szentpáli: " $Ga_{1-x}Al_xAs:Si$ fokozatos p-n átmenetek kapacitása" /oroszul/
F.T.P. 10, N^o 9. 1620-1626. /1976/
6. B. Szentpáli: "A szennyezőnívók energiaspektrumának a vizsgálata GaAs és GaP szerkezetekben"
A KGST "Új félvezető anyagok és nagy tisztaságú fémek" szakbizottságának Varsóban 1977-ben tartott ülésén elhangzott előadás. A teljes szöveg megjelenés alatt.



1. ábra

Te adalékolt GaAsP epitaxiális rétegeken végzett konduktanciamérések eredménye. Az x az As/P arányt jelenti. Ez a mérés az első kísérleti bizonyíték arra, hogy $x = 0,4$ összetétel tartomány környezetében a sekély donor szennyezőnek két kötött elektronállapota van.

Jelölések: f - a szinuszos mérőjel frekvenciája, $\omega = 2\pi \cdot f$
 T - a dióda hőmérséklete Kelvin-fok egységben
 G - a dióda $f = 20 \text{ kHz}$ -n mért ellenállásának reciproka μmho egységben
 x - az egyes diódákban a foszfor aránya az arzénben.

VILÁGÍTÓ DIÓDÁK FEJLESZTÉSE

Cseh István	Lendvay Ödön
Csontos Zoltánné	Püdör Bálint ⁺
Ferenczi György	Radácsi Jánosné
Görög Tamás	Rónainé Pfeifer Judit
Kovács Pál	Somogyi Károly

Világító diódák fejlesztése 1972 óta folyik az Intézetben. E fejlesztő munka során GaP, GaAsP, GaAs és GaAlAs világító diódákat fejlesztettünk ki. A korábban kifejlesztett vörösben emittáló GaP/Zn, O/ és GaAsP diódák és kijelzők után 1976-tól sikerült 0,5% hatásfoku zöldben emittáló GaP:N diódák előállítására is.

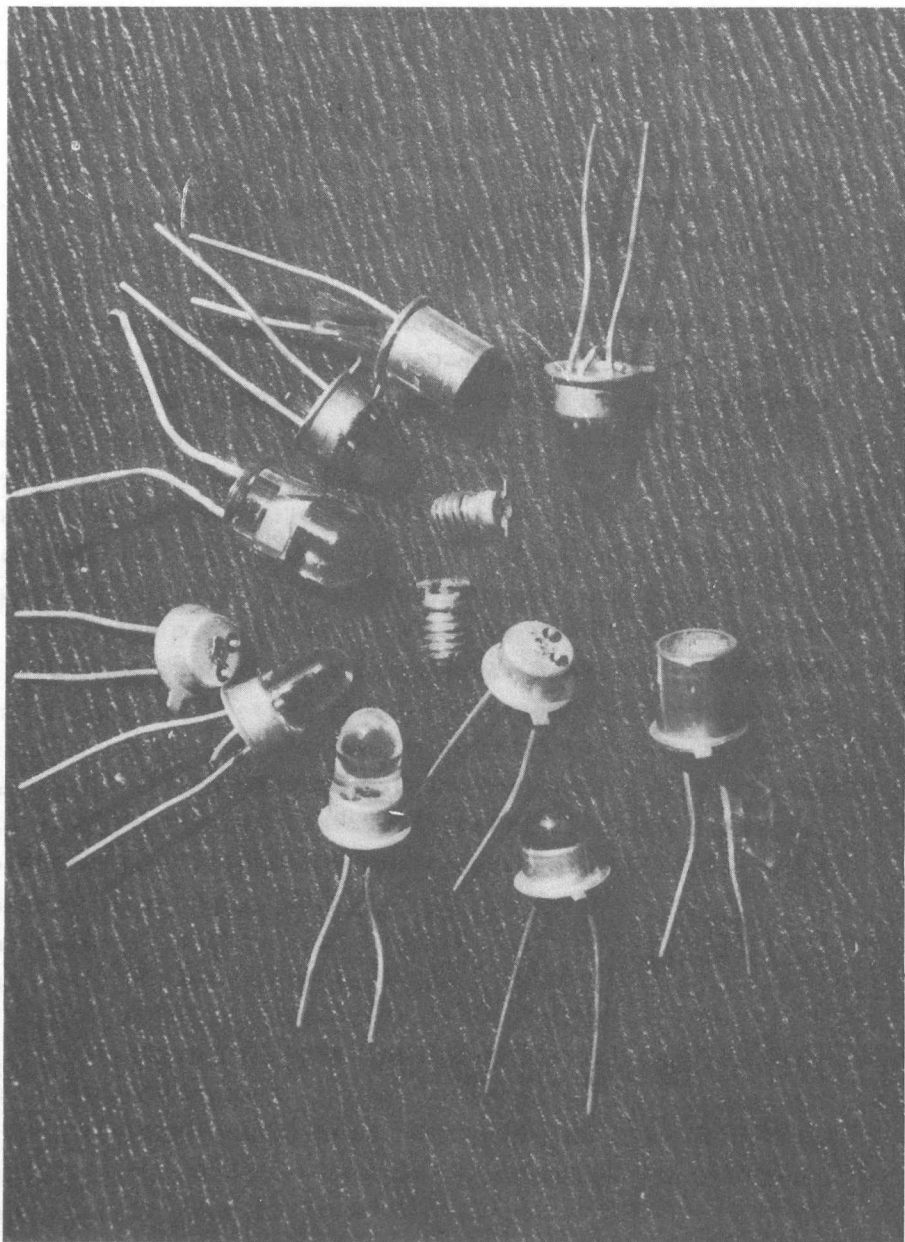
A zöld GaP diódák előállítása kettős és tulkompenzációs folyadékfázisú epitaxiás technikával készültek. Lényeges eredményt jelentett a p oldali ohmos kontaktus Au-Be ötvözzel való megvalósítása, mely mind az eszközök élettartama, mind hatásfoka szempontjából jelentős javulást hozott, és az így készült diódák paraméterei elérték a legjobb kereskedelmi forgalomban kapható eszközök mutatóit. Látható színtartományban világító diódákon jelenleg - szerződéses megbízás keretében - degradációs kísérletek folynak az eszköz paraméterek optimalizálása érdekében.

Az optikai adatátvitel aktív félvezetőelemeinek fejlesztése 1977-ben indult meg. E program keretében GaAs és GaAlAs infravörös fényemitterek készültek.

Speciális felhasználási célokra kifejlesztettünk a közeli infravörösben emittáló Si adalékolású egyszeres epitaxiával készülő eszközöket. Nagy fényáramsűrűségű világító diódák és félvezető lézerek megvalósításához ötrétegű GaAs-GaAlAs szerkezeteket készítettünk.

⁺ Jelenlegi munkahelye: MTA Kristályfizikai Intézete

1. J. Pfeifer: "Ohmic contact p-type GaP"
Solid-St. Electronics, 19, /1976/ 927
2. Ö. Lendvay: "Recombination processes in GaP Semiconductor Sources of Electromagnetic"
Radiation Ed M. Herman, Polish Sci. Publishers, Warsava, 1976
3. J. Pfeifer, L. Csontos, B. Szentpáli: "The investigation of the dopong level in p-GaP layers grown by the overcompensation method for green LED-s"
Acta Physica Hung. 44/1/, 29, /1978/
4. Ö. Lendvay, T. Görög: "Vapor Phase Epitaxe of A^{III}B^V Compounds"
Acta Physica Hung. 44 /1978/ 13.
5. Lendvay Ö.: "Félvezető fényforrások, félvezető lézerek"
Híradástechnika, megjelenés alatt
6. V.V.Jevsztropov, A.N.Imenkov, B.N.Kalinin, J.Pfeifer, L.Csontos, Ju.P.Jakovlev: "GaP: N-GaAlP p-n szerkezetek elektrolumineszcens tulajdonságairól" /oroszul/
Megjelenés alatt az: Elektronnaja Tehnika, Szerija 6 folyóiratban.
7. V.V.Jevsztropov, A.N.lmenkov, B.N.Kalinin, J.Pfeifer, L.Csontos, Ju.P.Jakovlev: "Szilíciummal adalékolt Ga P:N - Ga_{1-x} Al_x P és GaP:N-GaP p-n szerkezetek lumineszcens spektrumai" /oroszul/
Megjelenés alatt az FTP folyóiratban.



A MFKI-ben készített világító diódák teljesen és félig
kiszertelt állapotban.

OPTOELEKTRONIKAI CÉLU FÉLVEZETŐ ALAPANYAGOK TULAJDONSÁGAINAK VIZSGÁLATA

Somogyi Károly

Optoelektronikai eszközök /LED/ készítésére alkalmas vegyületfélvezetők fizikai vizsgálatai során elsősorban a GaP elektrofizikai tulajdonságaival foglalkozunk. A cél a vezetési típust meghatározó sekély szennyezők jellemzőinek meghatározása; a kompenzációt kiváltó okok, valamint a szabad töltéshordozók szóródási mechanizmusának vizsgálata volt.

Te-ral és Zn-kel adalékolt /0,001-0,1 at%/ fémolvadékból növesztett n és p típusu GaP kristályokat vizsgáltunk galvanomágneses tulajdonságaik hőmérséklet- és koncentrációfüggésének mérése és elemzése útján¹. A sekély szennyezők jellemző paramétereinek $/N_A, N_D, E_A, E_D/$ valamint a szabad töltéshordozók effektív tömegének $/m_h; m_e/$ meghatározása az irodalomban ellentmondásos adatokat eredményezett, amelynek okát a kísérleti eredmények analíziséhez használt összefüggések belső törvényszerűségében találtuk meg². Módszert dolgoztunk ki ennek részleges áthidalására^{3,4}.

A lyukak mozgékonyságának elemzését közepesen adalékolt kristályok esetére is elvégeztük. Ugy találtuk, hogy a kísérleti és az elméleti eredmények kielégítő egyezést mutatnak az optikai és akusztikus fononokon, valamint az ionizált és neutrális szennyezőkön történő szóródás figyelembevételével^{5,6}.

A vezetési tulajdonságokat befolyásoló adalékkoncentráció alapvetően két tényezőtől függ. Részben a kristálynövesztéshez használt alapanyagok maradékszennyezőitől és a GaP SG kristályok természetes P vakanciátartalmától, valamint az adalékolástól függő, az adalékanyag által okozott /és bevitt/ aktiv centrumok mennyiségétől⁷.

A látható spektrum kék tartományában világító diódák előállítása céljából ZnMgTe egykristályok elektrofizikai és /foto-, katodo-, elektro-,/ lumineszcens tulajdonságait vizsgáltuk. Megállapítottuk, hogy a Mg tartalom növelése úgy növeli a tiltott sáv és az annak közelébe eső fő lumineszcens csucs energiaértékét, hogy már mintegy 35% Mg tartalom esetén kék LED-ek előállítása elvileg lehetséges. Az anyag elektromos tulajdonságainak vizsgálata ugyanakkor azt mutatta, hogy a Mg tartalom hatására a ZnTe-től lényegesen eltérő sajátosságok szükségessé teszik megfelelő előállítási technika és megfelelő adalékanyag további keresését⁸.

1. K. Somogyi, P. Pödör: "Cryostat for the measurement of galvanomagnetic effects in semiconductors"
Acta Technica Hungarica, 82 443 /1976/
2. K. Somogyi: "Zur Analyse von Hallmessungen und zur Beweglichkeit in GaP" Freiburger Forschungshefte
B175 259 /1975/
3. K. Somogyi: "Relation between the activation energies / E_1 / and the temperature of carrier mobility maximum in semiconductors"
Phys. stat. sol. /a/ 35 659 /1976/
4. K. Somogyi: "On the electrical properties of GaP single crystals"
Acta Physica Acad. Sci. Hung. 44, 61 /1978/
5. K. Somogyi: "A lyukak mozgékonyosságának hőmérsékletfüggése p-GaP-ban"
MTA MFKI Közlemények, 0-16 59 /1975/

6. K. Somogyi: "Temperature dependence of hole mobility in doped p-GaP"

Phys. stat. sol. /a/ 37 653 /1976/

7. K. Somogyi: "On the compensation in solution grown GaP crystals doped with Zn"

Tagungsbericht Berg- und Hüttenmännischen Tage, Freiberg, 1977, K4, Nachtrag 54.

8. K. Somogyi, J. Chevallier, J.F. Rommeluere, J. Marine, B. Schaub: "Luminescence and electrical properties of $Mg_xZn_{1-x}Te$ alloys" to be published in IEEE Transactions

AZ MNOS TIPUSU MEMÓRIÁK KUTATÁSA

Andrási Andorné

Németh Tiborné

Biró Sándor

Stubnya György

Cseh István

Szabó Róbert

Horváth Zsolt

Szép Iván

Lőrinczy András

Tóth András

Tüttő Péter

A fém, a szilícium-nitrid, a szilícium-dioxid és a szilícium rétegekből álló, ún. MNOS típusu memória a nem illékony, elektromosan törölhető és ujraprogramozható, ROM és kvázi-RAM típusu memóriaeszközök családjába tartozik. Az eszköz vizsgálatát a következők indokolják:

1. Jelentős gyakorlatot szereztünk az évek során a MIS eszközök előállítására és vizsgálata terén.

2. A mikroprocesszorok alkalmazásának előtérbe kerülésével egyre sürgetőbben merül fel az elektromosan törölhető félvezető ROM eszközök iránti igény.

3. Ennek az eszköznek a megvalósítása a töltésbevitel és -tárolás mechanizmusának és ezen mechanizmusok technológiai függésének megismerését követeli.

A modelláramkörök létrehozásával és a technológiai problémák tisztázásával olyan hazai vállalatok számára kívánunk információkat szolgáltatni, amelyek az MNOS típusu integrált áramkörök előállítására iránt érdeklődnek. A kutató és fejlesztő munka fázisai az eszközstruktúrával kapcsolatosak. Az eszköz lényegileg tervezérlésű tranzisztor, amelynek az aktiv tartománya két rétegből, vagyis egy kb. 1-3 nm vastagságú oxid- és egy kb. 40-70 nm vastagságú nitridrétegből áll. A nitrid belseje és a nitrid és az oxid határfelülete megfelelő esetben kellő számú csapdát tartalmaz, és a csapdaszintek a vékony oxidon az alaguthatás révén könnyen átmenő töltéshordozókkal feltölthetők. A dielektrikum feltöltve viszont bekapcsolja a tranzisztort. Ellenté-

tes elektromos hatás a bevitt töltést törli és a tranzisztort kikapcsolja.

Az eszköz megvalósításával kapcsolatos feladatok:

1. Kidolgozni a homogén, hibamentes, kézbentartható és reprodukálható vastagságú oxid előállítási módszerét.
2. Tisztázni a nitridizálási technika és a csapda-paraméterek kapcsolatát.
3. Tisztázni az eszköz működésénél fellépő fizikai folyamatokat.
4. Meghatározni a cella konstrukciós paraméterei és az eszköz paraméterei közötti összefüggést.
5. Kidolgozni a speciális mérőberendezéseket a fizikai jellemzők és az eszköz jellemzőinek a mérésére.
6. Kideríteni a nagyfelületű, homogén memória-tulajdonságot adó technológia feltételeit, ami a nagysűrűségű elrendezés megvalósításának alapja.

Eddig a fentiekből a következőket értük el:

a/ Jó paraméterekkel bíró memória cellánk van.

/Beíró feszültség: 30 V; beírási idő: 10 ms;
retenciója: $0,4$ V/dekád/.

b/ Jól használható félautomata, illetve automata mérőberendezéseink vannak a fizikai és eszközjellemzők mérésére.

c/ Oxidációs és nitridizációs technológiánk kézbentartott és flexibilis.

1. Tüttő P.: "MIS eszközök stabilitása"

MIS Rendszerek Problémái, Mátrafüred, 1977.

ELFT Félv. Szakcsoport, 1977. Mátrafüred

2. Tüttő P., Németh Tiborné: "Minority lifetime inhomogeneity measurements on MOS capacitors"

23th Int.Wiss.Koll. T.H. Ilmenau, /1978/ Heft 7. 21.o.

3. Horváth Zs.: "MNOS memoriaelemek hiszterézisének kiértékelése" /orosz nyelven/
23th Int.Wiss.Koll. T.H. Ilmenau /1978/ Heft 7. 81.o.
4. Stubnya Gy.: "Szilíciumnitrid alkalmazása félvezető eszközökben"
MIS iskola, 1977. Mátrafüred
5. Stubnya Gy.: "MNOS memória tranzisztorok előállítása és vizsgálata" MIS iskola, 1977. Mátrafüred
6. G. Stubnya, I.C. Szép, G. Hoffmann, Zs. Horváth, P. Tüttő: "Distribution and role of Si-H and N-H bonds in MNOS structures"
ESSDERC conf. 1978. Montpellier, Abstracts p. 152-154
7. G. Stubnya, I.C. Szép, G. Hoffmann, Zs. Horváth, P. Tüttő: "Distribution and role of Si-H and N-H bonds, in MNOS structures"
Revue de Physique Appliquée /közlés alatt/
8. Andrási Ané, Stubnya Gy.: "Fotoreziszthez ábrakialakítás lehetőségei szilíciumnitrid rétegekben"
Mikroelektronikai Konf. 1978. Drezda

TÖLTÉSCSATOLÁSU ESZKÖZÖK /CCD/ VIZSGÁLATA

Andrási Andorné

Németh Tiborné

Biró Sándor

Selmeczy János

Cseh István

Szép Iván

Forgács Gábor

Tóth András

Lőrinczy András

Tüttő Péter

A töltéscsatolásu eszközt 1970-ben ismertették először és azóta igen nagy fejlődésen ment keresztül.

Szerkezetileg az eszköz egymás mellé helyezett MOS kondenzátorok sorozatából áll, amelyeket úgy alakítanak ki, hogy azok a ráadott órajelek hatására az eszközbe bevitt töltéseket egy irányban továbbítják. Így ezek az eszközök alapvetően léptető tárolók. Az információt képviselő töltéscsomagok elektromos és optikai úton egyaránt beadhatók, a jelek lehetnek digitális, vagy analóg jellegűek is. A töltéscsatolásu eszközök segítségével ma már nagykapacitású puffermemóriákat készítenek, s ezen eszközökön alapulnak azok a szilárdtest-képfelvevők is, amelyek a vákuumcsöves képfelvevőket a közeljövőben egyes területeken tulszárnyalják, illetve kiszorítják.

Számunkra elsősorban az analóg késleltető vonalként, illetve szűrőként történő alkalmazási terület a perspektívikus.

Technológiai szempontból a töltéscsatolásu eszköz alap-kivitelben egy közepes bonyolultságu integrált áramkörrel kb. ekvivalens, de a "hagyományos" integrált áramkörökhöz képest jóval nagyobb információsűrűséget tesz lehetővé. A technológiával szembeni követelmények azonban itt általában magasabbak, mint a legtöbb MOS szerkezetű eszköznél. Ez különösen az oxidréteg homogenitására, hibamentességére és a határfelület tökéletességére vonatkozik, mivel az ezeknél előforduló egyetlen hibás pont a teljes eszköz működéskép-telenségét eredményezi.

Célunk az eszközműködés fizikai problémáinak megismerése, a szükséges technológia és a mérési eljárások kidolgozása; továbbá működő mintapéldányok készítése, amelyek gyakorlati alkalmazásra is kerülhetnek. Az eszközzel kapcsolatos fizikai és technológiai problémák a területen dolgozókat arra ösztönzik, hogy egyre újabb konstrukciós megoldásokat keressenek. Ezeknek a technológiai változtatásoknak a követése is célunk és feladatunk.

Eddigi eredményeink főleg technológiai ¹⁻⁶ és mérés-technikai jellegűek ⁷⁻⁹. Elkészült 8 és 32 bites eszközeink is a technológiai problémákat hivatottak tisztázni.

Egyik legelső eredményünk a témában a 167487 lajstromszámu szabadalom volt, amelyben új CCD konstrukciót valósítottunk meg. A termikus oxidálásról és a szigetelő-félvezető határfelület szerkezetéről az 1977. októberi mátrafüredi MIS iskolán ^{1,10-12}; a kisebbségi töltéshordozók élet-tartam-vizsgálatairól MOS szerkezetekben pedig a SZUTA-MTA szilárdtestfizikai közös bizottság 1978. áprilisi ülésén tartottunk előadást.

1. Németh Tné: "Szigetelők szerkezeti hibái / SiO_2 , Si_3N_4 /; függésük az előállítás módjától"
MIS Rendszerek Problémái /1977/ Mátrafüred 155. old.
2. M. Németh-Sallay, A. Barna, A. Lőrinczy, I.C. Szép:
"Induced crystallization of amorphous silicon dioxide"
phys.stat.sol. /a/ 43 /1977/ K 135-137.
3. M. Nemeth-Sallay, I. Szep, G. Hoffman, A. Lőrinczy:
"Room temperature transformation in SiO_2 layers induced by chemical compounds"
előadás: ESSDERC Montpellier /1978/ 398-400. old.

4. A. Barna, P.J. Didenko, V.G. Litovchenko, P.J. Marchenko, M. Németh-Sallay, G.F. Romanova, I.C. Szép: "Room temperature transformation in SiO_2 layers induced by chemical compounds" I.
Thin Solid Films /to be published/
5. G. Hoffmann, A. Lőrinczy, M. Németh-Sallay, I.C. Szép: "Room temperature transformation in SiO_2 layers induced by chemical compounds" II.
Thin Solid Films /to be published/
6. M. Andrási, G. Forgács, Al. Lőrinczy: "The Effect of Potassium Contamination of Tungsten on Filament Metallized Devices"
phys.stat.sol. /a/ beküldve
7. J. Peisner, G. Aszódi, M. Németh-Sallay, G. Forgács: "Attenuation length of photoelectrons in thin films of SiO_2 "
Thin Solid Films, 36. /1976/ pp. 251-255.
8. P.J. Didenko, V.G. Litovchenko, P.J. Marchenko, M. Németh, A. Lőrinczy, G.F. Romanova: "A szerkezeti tényezők hatása a SiO_2 réteg ion-ionemissziós spektrumára"
/oroszul/ Vzaimogyejsztvie atomnüh csasztyio sz tvjordüm tyelom, csaszty 3, 94-97. old. Harkov, 1976.
9. P. Tüttő, M. Németh-Sallay: "The Characteristics of Si- SiO_2 interface by minority carrier lifetime inhomogeneity measurements on MOS capacitors"
előadás: Ilmenau, /1978/ Vol.C₂.21. old.
10. Barna Á., Németh Tné: "A szigetelő-félvezető határfe-lület szerkezete"
MIS Rendszerek Problémái, Mátrafüred /1977/ 171.old.

11. Németh Tné: "A szilícium egykristály szerkezeti hibái és szennyezéstartalma"

MIS Rendszerek Problémái /1977/ Mátrafüred 248. old.

12. Németh Tné: "A termikus oxidréteg előállítás és kezelése; stabilitás-vizsgálatok"

MIS Rendszerek Problémái /1977/ Mátrafüred 271. old.

FAMOS ELVÜ MEMÓRIÁK KUTATÁSA

Balázs János

Ponomarenko Jurij

Lőrinczy András

Tóth András

Tüttő Péter

A FAMOS memória ultraibolya fénnnyel törölhető és elektromosan újraprogramozható félvezetős "csak olvasó" memóriaeszköz. A kutató intézetek társulásában, amelyet a hazai nagybonyolultságú integrált áramkörök kifejlesztésére hoztak létre, ezeknek az eszközöknek a kifejlesztését a HIKI-re és a MFKI-re bízta.

A munkamegosztás olyan, hogy a technológiai fejlesztés munkáját végzi a HIKI, a mérés technikai feladatok pedig az MFKI feladatát képezik. Az eddig végzett munka alapján meghatároztuk a memóriának alkalmas FAMOS tranzisztor előállítási technológiájához szükséges lépéseket. A tranzisztor memória sajátosságai ekvivalensek az Intel céltípus áramkörének paramétereivel. Jelenleg a technológiai lépések optimalizálásával foglalkozunk. A kezdeti lépések tesztábrákon történtek, amelyek lehetővé tették az egyes elemek, illetve lépések ellenőrzését.

Kialakítottuk az eszköz működése szempontjából fontosnak tekintett paraméterek mérésére szolgáló mérőösszeállításokat. Ezek lehetőséget adnak az információ beírását meghatározó elektromos adatok mérésére. A tárolást és törlést pontonként csak manuálisan tudjuk mérni. A MIKI-vel karöltve egy olyan on-line mérőautomatát fejlesztünk ki, amely lehetőséget fog biztosítani a szelvényben való automatikus mérésre. Ez a mérőrendszer nemcsak a FAMOS szerkezetekhez, hanem a Félvezető főosztály más méréseire is alkalmazható lesz.

1. Hecks F., Lőrinczy A.: "A FAMOS típusu memória hazai fejlesztése" III. Székesfehérvári alkatrész konferencia 1977. szept. 15-16.

NAGYTERŰ TRANSPORTJELENSÉGEK FÉLVEZETŐKBEN

Beleznay Ferenc

Serényi Miklós

A félvezető anyagok legfontosabb anyagi jellemzőit /elektronok és lyukak koncentrációját, töltéshordozók effektív tömegét, a sávszerkezetnek a tilos sáv közelébe eső minimumainak adatait, a különböző szórási folyamatok szerepét/ csaknem kizárólag transzport-, elsősorban galvanomágneses mérésekből határozzák meg. A nagy lokális térerősségeket hasznosító eszközök /Gunn-, Impatt-diódák, vékony oxidos MOS szerkezetek/ elterjedése során intenzív kutatás indult a "nagyterű" galvanomágneses jelenségek megértésére. Egy új elméleti módszert dolgoztunk ki, amely lehetővé teszi a transzportfolyamatok leírását nagy elektromos és mágneses terekben egyaránt.

Feynman "Path integrál" módszerét alkalmazva olyan, konzisztens kvantumtranszport-elmélet vezethető le, amely tudomásunk szerint az irodalomban először teszi lehetővé a nagyterű mozgékonyság anomális elektromos és mágneses tértől való függésének leírását, és egyaránt alkalmazható a mágneses térben való klasszikus vagy kvantummozgás esetén. A módszer alkalmazható a magnetofonon oszcilláció elvi tárgyalására is.

1. Beleznay F., Serényi M.: "Application of a new high field quantum magneto-transport theory for polar semiconductors"

Solid State Electronics 21 215 /1978/

AKUSZTIKUS FELÜLETI HULLÁMU ESZKÖZÖK KUTATÁSA

Andrási Andorné

Beleznay Ferenc

Püspöki Sándor

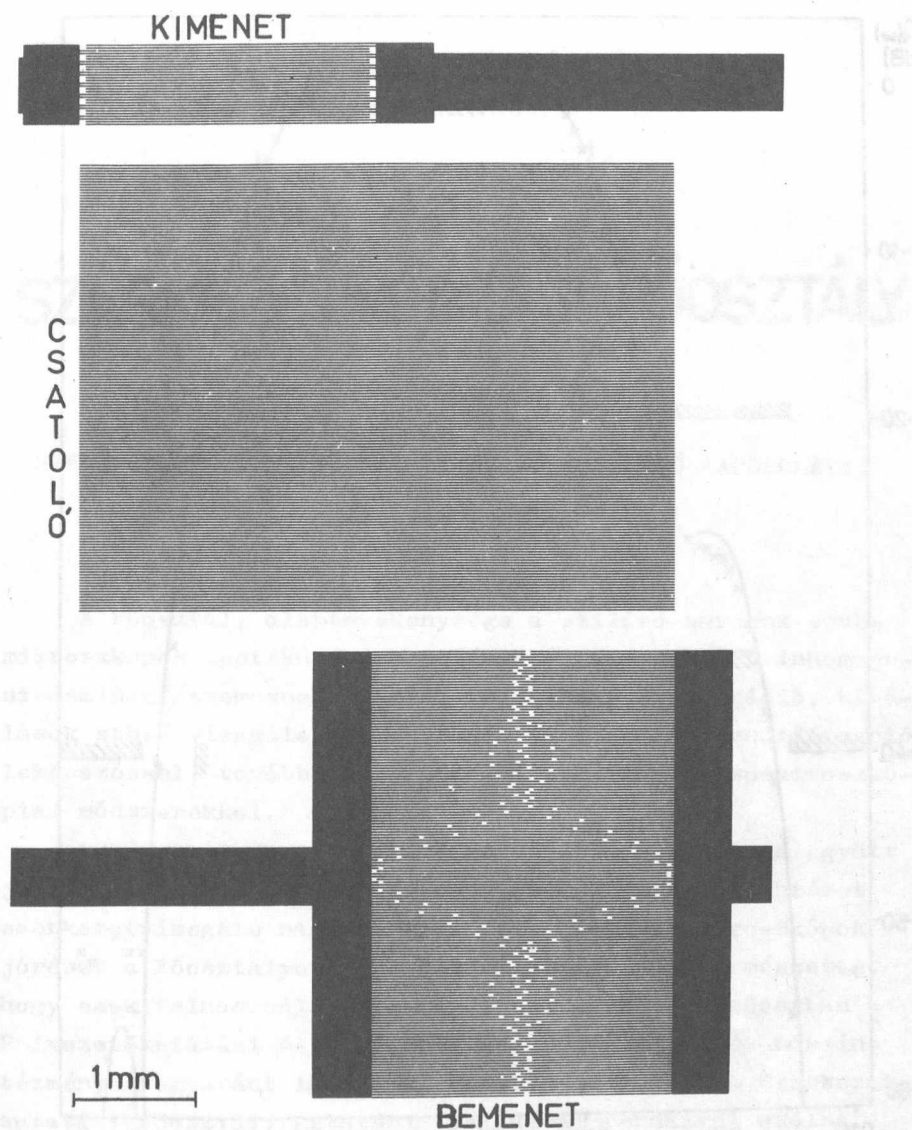
Serényi Miklós

Piezoelektromos anyagokban csatolt, elektromos és elasztikus hullámok terjednek. A hullámok terjedési sebessége tipikusan a hang terjedési sebességének felel meg. A felületen terjedő felületi hullámok, az ún. akusztó-elektromos felületi hullámok /AFH/ elektromos komponensük segítségével a felületen alkalmasan kialakított elektródarendszerekkel gerjeszthetők, "formálhatók" és detektálhatók. Így segítségükkel - a hang és fény sebesség hányadosával csökkentett méretekkel - lehetőség nyílik a 10-1000 MHz tartományban milliméter nagyságrendű felületeken nagyfrekvenciás jelek szűrésére, formálására, optikailag aktív közegekben pedig a fénysugarak eltérítésére és modulálására.

Kutatásaink célja a felületi hullámok keltésének, terjedésének és kölcsönhatásainak a vizsgálata. A fenti kutatás alkalmazásaként olyan, TV KF szűrő tervezését és előállítását tüztük ki célul, amely hagyományosan csak több diszkrét elem alkalmazásával valósítható meg. Munkánk során az aszimmetrikus amplitudókarakterisztikájú szűrők apodizált interdigitális elektródarendszerének közelítő analitikus tervezési módszerét dolgoztuk ki. Megmutattuk, hogy az interdigitális elektródarendszer elektromos hangolásával lehetőség nyílik az AFH eszközök /pl. oszcillátorok/ szélessávú hangolására.

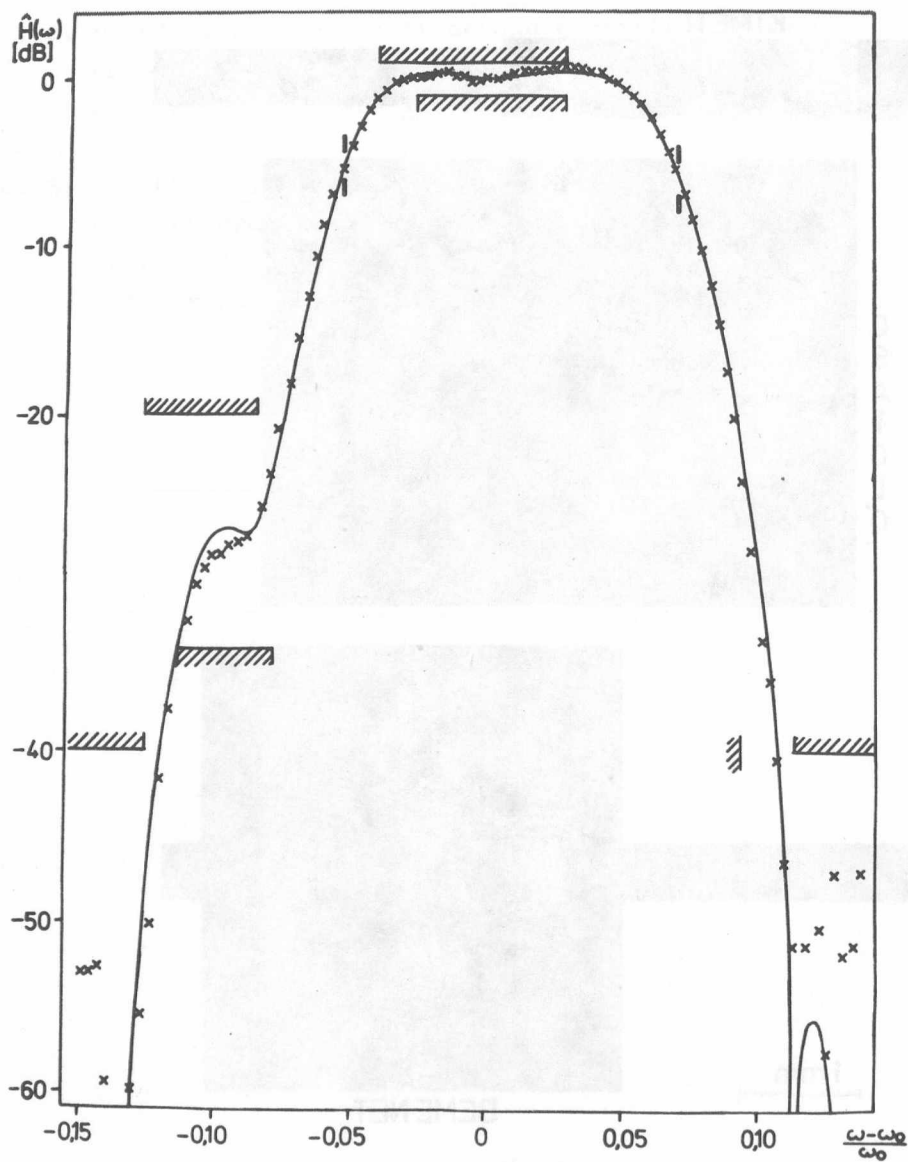
Tervezési módszerünket alkalmaztuk erősen aszimmetrikus amplitudókarakterisztikájú és lineáris fáziskarakterisztikájú TV KF szűrők modellezésére. Egy LiNbO_3 anyagon megvalósított szűrő elektródarendszerét és amplitudókarakterisztikáját az 1. és 2. ábrák szemléltetik.

1. S. Püspöki, B. Rösner: "Wideband electronic tuning of S.A.W. devices"
Electronics Letters 12, 518 /1976/
2. S. Püspöki, B. Rösner, M. Andrási: "Surface acoustic wave bandpass filters with asymmetric frequency response"
Alta Frequenza, 45 766 /1976/



1. ábra

Egy megvalósított akusztikus felületi hullámu szűrő teljes elektródarendszere, mely egy bemeneti és egy kimeneti elektródarendszert, továbbá egy sokelektrodás csatolót tartalmaz.



2. ábra

Az 1. ábrán látható elektródarendszerrel megvalósított szűrő relatív amplitudókarakterisztikája $\omega_0 = 35,5 \text{ MHz}$

———— tervezett átvitel; x mért átvitel;

////// toleranciahatárok

SZERKEZETKUTATÁSI FŐOSZTÁLY

SZERKEZETKUTATÁSI FŐOSZTÁLY BELSŐ ÉS KÜLSŐ KAPCSOLATAI

Zsoldos Lehel

A Főosztály alaptevékenysége a szilárd anyagok szub-mikroszkópos léptékű szerkezetének és a szerkezet inhomogenitásainak /szemcseszerkezet, rácshibák, szegregáció, kiválások stb./ vizsgálata elektronoptikai és röntgendiffrakciós leképezéssel, továbbá különböző diffrakciós és spektroszkópiai módszerekkel.

A Főosztály sajátos tevékenysége szükségképpen együtt jár a széleskörű tudományos együttműködéssel. Az Intézet szerkezetvizsgáló nagyműszerei /pl. elektronmikroszkópok/ jórészt a Főosztályon vannak koncentrálva és természetes, hogy ezek felhasználását a társfőosztályok - elsősorban a Félvezetőkutatási és a Fémkutatási főosztály - és más intézmények egyaránt igénylik. Ennek megfelelően a Szerkezetkutatási főosztály kutatási feladatai rendkívül széles spektrumot fognak át. Az intézet profiljának megfelelően a vizsgálatok egyrészt a tércentrált köbös fémek /W, Mo, Fe../ és a szilícium, illetve a III-V félvezetőanyagok /és eszközök/ vizsgálatával függnek össze, másrészt saját kezdeményezésű kutatás a vékonyrétegek növekedésének és szerkezetének vizsgálata.

A kutatási eredményeinket - részben szerződéses megbízás, részben kutatási együttműködés keretében - más intéz-

ményeknél is sikeresen hasznosították. Így a vékonyrétegek növekedésének "in-situ" elektronmikroszkópos vizsgálatára kidolgozott különleges mintatartó rendszert /amely a minta körüli 10^{-6} - 10^{-5} Pa nyomású térben a minta fűtésén és hűtésén kívül elektromos méréseket is lehetővé tesz/ a moszkvai GIREDMET intézet is alkalmazni kívánja.

Az elmúlt 1-2 év eredményei közül külön említést érdemel még pl.

- a Gunn diódák kontaktálása,
- a vékonyított rétegek kvantitatív mikroanalízise,
- a vékonyított W huzalok transzmissziós elektronmikroszkópiája,
- a kétkristályos röntgentopográfia bevezetése és
- az ultravákuumban tört felületek Auger-elektron-spektroszkópiás analízise.

A Főosztály egyik fontos feladata a nagybonyolultságú integrált áramkörök technológiai fejlesztésére alakult Kutatási Fejlesztési Társulás /KFT/ számára az un. nagyműszeres analitikai vizsgálatok elvégzése. Ennek érdekében 1977-ben - az OMFB támogatásával - nagyteljesítményű pásztázó elektronmikroszkópot szereztünk be, amely hullámhosszdiszperzív és számítógéppel vezérelt energiadiszperzív röntgenspektrométerrel is el van látva.

A Főosztály más belföldi együttműködő partnerei:

- 1./ Központi Fizikai Kutató Intézet Szilárdtestkutató Intézete /vékonyrétegek elektronmikroszkópos vizsgálata/,
- 2./ Alumíniumipari Tervező és Kutató Intézet /Al vékonyrétegek vizsgálata/,
- 3./ Budapesti Műszaki Egyetem /pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálatok és mikroanalízis/.

Külföldi intézmények közül gyümölcsöző együttműködés alakult ki az alábbiakkal:

- 1./ Szovjet Tudományos Akadémia Krisztallográfiai Intézete, Moszkva /a hordozó felület hatása a vékonyrétegek kialakulására/.

- 2./ Szovjet Tudományos Akadémia Szibériai Félvezető Intézete, Novoszibirszk /röntgentopográfia, szilíciumoxid vékonyrétegek tulajdonságai/.
- 3./ Ukrán Tudományos Akadémia, Félvezető Fizikai Intézete, Kiev /felületi analízis/
- 4./ NDK Tudományos Akadémia Szilárdtestfizikai és Elektronmikroszkóp Intézete, Halle /a hordozó felület és idegen anyagok hatása a vékonyrétegek növekedésére, mikroanalízis, elektronmikroszkópos módszerek fejlesztése/.
- 5./ NDK Tudományos Akadémia Elektronfizikai Intézete, Berlin /röntgentopográfia, felület vizsgálat/.
- 6./ Lengyel Tudományos Akadémia Fizikai Intézete, Varsó /röntgentopográfia, félvezetők pásztázó elektronmikroszkópos vizsgálata/.
- 7./ Fizikai és Technológiai Intézet, Bukarest /amorf vékonyrétegek szerkezete/.
- 8./ Párizsi Egyetem Szilárdtestoptikai Intézete /amorf vékonyrétegek tulajdonságai/
- 9./ Phillips Egyetem Fizikai Intézete, Marburg /amorf vékonyrétegek növekedése és szerkezete/.
- 10./ Strasbourgi Egyetem Ásványtani Intézete /szegregációs jelenségek AES vizsgálata/.

1977-ben a Főosztálynak az alábbi intézményekkel volt megbízásos kapcsolata:

- 1./ Egyesült Izzólámpa és Villamossági R.T.
/szilícium szeletek hibaszerkezetének röntgentopográfiai vizsgálata/.

- 2./ Csepel Vas- és Fémművek Fémtani és Technológiai Intézete /szegregációs jelenségek AES vizsgálata szerszámacélokban/.
- 3./ Híradástechnikai Ipari Kutató Intézet /szilícium szeletek hibáinak röntgentopográfiás vizsgálata, egykristály orientálás, nagy tisztaságú gázok szennyezőinek tömegspektrométeres analizise/.
- 4./ MEDICOR Művek /vékonyréteg tükrök és vékonyréteg ellenállások technológiája/.
- 5./ MTA Számítástechnikai és Automatizálási Kutató Intézete /egykristály öntecsek orientálása/.
- 6./ Távközlési Kutató Intézet /szilícium hibaszerkezetének röntgentopográfiás vizsgálata/.

VÉKONY MINTÁK KVANTITATIV MIKROANALIZISE RÖNTGENSPEKTROMÉTERREL FELSZERELT TRANZMISSZIÓS ELEKTRONMIKROSZKÓPBAN

Barna Árpád
Pozsgai Imre

N.P.Iljin⁺
Stark Gyula

A vékonyrétegek elektronsugaras mikroanalizise területén az Intézetben a kutatás két irányban folyt: az egyik irány a kvantitatív analitikai módszer kidolgozása, a másik pedig második fázisok, kiválások, zárványok kémiai összetételének vizsgálata volt.

Ezekre a vizsgálatokra hullámhosszdiszperzív röntgenspektrométerrel felszerelt JEOL gyártmányú, JEM 100-U típusu transzmissziós elektronmikroszkópot használtunk.

Az önhordó vékonyrétegekben gerjesztett röntgensugárzás I_i^* intenzitása nemcsak a keresett i elem c_i koncentrációjától függ, hanem a minta ρD tömegvastagságától is.:

$$I_i^* = k_i c_i \rho D \quad /c = 1, 2, 3, \dots, n/ \quad (1)$$

Az elektronmikroszkópos kontraszt, $\lg \frac{I_o}{I_{tr}}$, függése a ρD -tól a következő alakban adható meg:

$$\frac{\lg \left(\frac{J_o}{J_{tr}} \right) A}{7,64 \cdot 10^{-5} Z^{1,8}} = \rho D \quad (2)$$

ahol A = atomsúly, Z = rendszám.

A (2) egyenlet érvényes 100 kV gyorsítófeszültségen a 0,3 - 170 $\mu g/cm^2$ tömegvastagság tartományban az adott kísérleti feltételek mellett. A (2) egyenlet több komponensű rétegekre^{1,2} általánosítható:

⁺ N.P.Iljin, SzUTA Geokémiai és Analitikai-Kémiai Intézete, Moszkva.

$$\frac{\lg \left(\frac{I_o}{I_{tr}} \right)}{7,64 \cdot 10^{-5} \sum \frac{c_i z_i^{1,8}}{A_i}} = \rho^D \quad (3)$$

Ahol c_i az i -edik komponens koncentrációja. Az analizálandó minta, valamint a vékonyréteg etalonok tömegvastagsága meghatározható a (3) egyenlet alapján. A rétegvastagságmérés pontossága $\pm 3 \%$, reprodukálhatósága jobb mint $0,5 \%$.

Kombinálva az analizálandó mintán és a vékony etalonokon végzett röntgenintenzitás mérését a ρ^D méréseivel, (3) egyenlet szerint a ρ^D és c_i külön-külön meghatározhatók. A módszer egyik alkalmazását a közelmúltban ismertettük^{3,4}

Második fázisok analizisére példaként idézzük a kálium analizisét wolframmátrixban.

Káliummal, alumíniummal, és szilíciummal adalékolt wolframhuzalban, amelyet 2800-3000 K-en hőkezelték, olyan második fázisokat és fázissorokat lehet találni, amelyek az elektron-diffrakciós képek szerint kristályos káliumot tartalmaznak. A wolframhuzal gyártása folyamán viszont különféle wolfram-bronzok és wolframötvözetek keletkezhetnek, amelyek kísérleti hibán belül ugyanolyan diffrakciós képet adnak, mint a kristályos kálium. Ezért a káliumnak a wolframban való jelenlétét egyértelműen csak mikroanalízis segítségével lehetett kimutatni, kiegészítve határolt-területű diffrakciós vizsgálatokkal.

Az analizist szintén a hullámhosszdiszperzív röntgenspektrométerrel ellátott JEM 100-U típusu transzmissziós elektronmikroszkópon végeztük.

Módosítva a Wehnelt-henger alakját és furatát, az elektronnyaláb átmérőjét $1,5 \mu\text{m}$ -ről $0,2 \mu\text{m}$ -re csökkentettük⁵. A külső váltóáramú mágneses tér zavaró hatását mágneses térkompenzátor segítségével küszöböltük ki.

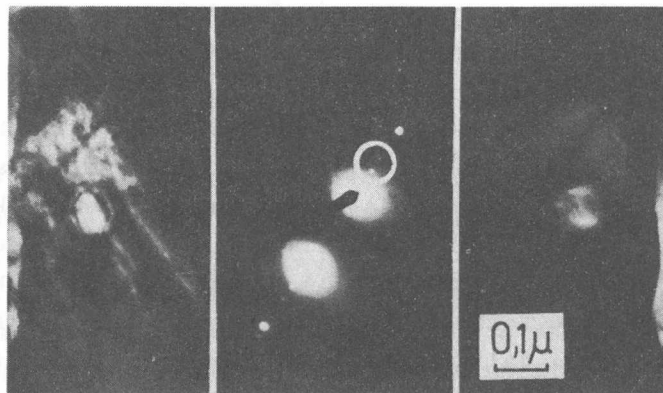
Az analizis részletes leírása nemrég jelent meg⁵. Az analizis eredménye egyértelműen azt mutatja, hogy az 1c ábrán körrel jelölt diffrakciós folt olyan második fázisból

származik, amely káliumot tartalmaz.

Az 1. ábrán látható második fázis kálium tartalma
 $/1,7 \pm 0,85 / \cdot 10^{-17}$ g.

A transzmissziós elektronmikroszkóp és hullámhossz-
 diszperziv röntgenspektrométer ilyen kombinációjával anali-
 záltunk olyan második fázissorokat is, amelyek csak a
 wolframra jellemző diffrakciós képet adták. A kondenzor
 sztigmátor segítségével vonallá torzítottuk az elektron-
 nyaláb köralaku foltját, fedésbe hoztuk a második fázisok
 vonalával, és a kálium jelenlétét ily módon sikerült itt is
 kimutatni.

1. N.P. Iljin, I. Pozsgai: "Measurement of local thickness
 of amorphous and polycrystalline thin films in
 electron microscope"
 T. 41. No 11. 1977. p. 2275
2. N.P. Iljin, I. Pozsgai: "Amorf és polikristályos vékony-
 rétegek helyi vastagságának mérése elektronmikrosz-
 kópban"
 Magyar Kémiai Folyóirat 83. évf. 1977. 11. sz. 510.o.
3. I. Pozsgai, N.P. Iljin: "A method for quantitative micro-
 analysis of thin samples in EMMA"
 Proc. 7th Int.Vac.Congr. Vienna 1977, p. 2625
4. I. Pozsgai, N.P. Iljin: "Quantitative X-ray analysis of
 thin samples in TEM"
 9th Int.Conf. on Electron Microscopy; Toronto, 1978
 /In press/
5. A. Barna, J. Stark: "Analytical determination of the
 potassium content of single bubbles in annealed
 tungsten wires"
 Metallurgical Transactions, 9A, 595 /1978/



a

b

c

1. ábra: Második fázis wolframhuzalban, melyet H_2 -ben 2800 K-en hőkezeltünk

a/ világos látóterű kép

b/ határolt területű diffrakciós kép.

A gyenge reflexiók a kálium /110/ reflexióival esnek egybe.

c/ sötét látóterű kép, amelyet az lb. ábrán bekarikázott gyenge reflexiók segítségével vettünk fel.

RÁCSHIBÁK RÖNTGENTOPOGRÁFIÁS VIZSGÁLATA

Kardos Sándorné⁺

Vértesy András⁺⁺

Pál Edit

Zsoldos Lehel

A félvezető eszközök tulajdonságait az előállítás közben bennük keletkező rácshibák /diszlokációk, rétegződési hibák, inhomogenitások/ sokszor hátrányosan befolyásolják. E hibák vizsgálatának egyik leghatásosabb eszköze a röntgendiffrakcióval való leképezés /röntgentopográfia/, amely ugyan csak mérsékelt /2-20 μm -es/ felbontóképességű, de teljesen roncsolásmentes és több cm átmérőjű szelet egész területének vizsgálatát is lehetővé teszi. A vizsgálat alapja az a tény, hogy a kristály hibás tartományaiból szórt sugárzás erőssége jelentősen különbözik a hibátlan kristályból szórt sugárzásától.

Az Intézet a kísérleti feltételek javítása érdekében az MTA KFKI Szilárdtestkutató Intézetével és az ELTE Szilárdtestfizikai Tanszékével együttműködve új röntgentopográfias goniométert fejlesztett ki, amely a szokásos üzemmódok mellett /Lang-topográfia, Berg-Barrett-topográfia/ kétkristályos topogramok és reflexiós görbék rögzítésére is alkalmas 50 mm-es kristályátmérőig.

A kétkristályos üzemmódban a mintára eső röntgensugárzást egy diszlokációmentes kristályból kivágott monokromátor kollimálja, és mivel így a nyaláb divergenciája csupán néhány szögmásodperc, a rendszer érzékenyebb a kis rácsdeformációkra. Az 1. ábrán összehasonlításképpen egy MOS kondenzátorokat tartalmazó Si szelet Berg-Barrett- és kétkristályos reflexiós topogramjainak egy-egy részletét látjuk.

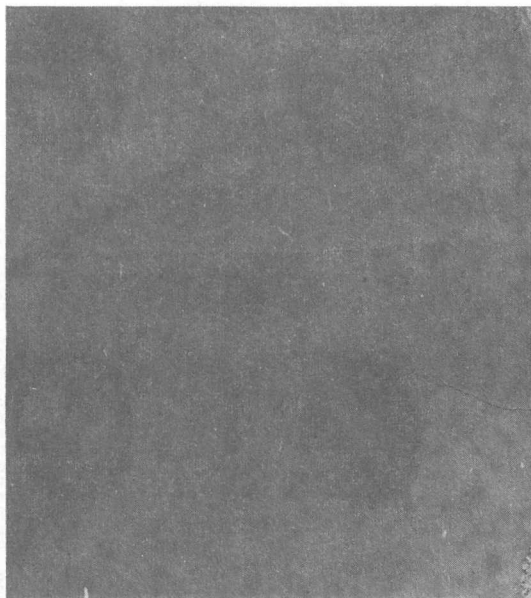
⁺ ELVRT

⁺⁺ HIKI

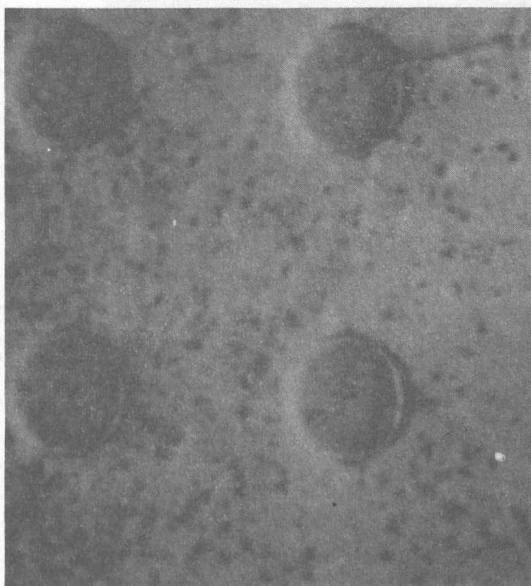
A 2. és 3. ábrán forszírozott B diffúzióval Si-on kialakított mérőábra sematikus keresztmetszeti rajzát, illetve reflexiós képét látjuk. A topogramon jól kivehető az aktív zónákat átszelő ún. emitter-él diszlokációk, amelyeket a keresztmetszeti rajzon is feltüntetett, mindössze $8\text{ }\mu\text{m}$ széles gyűrű alakú, bórral diffundáltatott terület keltett.

Annak ellenére, hogy a röntgentopográfiát közel két évtizede használják rácshibák kimutatására, a topográfiai kontraszt értelmezése, elsősorban rugalmasan görbült kristályok esetén még sok szempontból tisztázatlan. E téren szisztematikus vizsgálatot kezdtünk, mert a technológiai lépések közben a szeletek többé-kevésbé meggörbülnek. Megmutattuk, hogy a szeletek csekély mértékű görbülete $R = 20\text{--}50\text{ m}$ / a diffrakciós geometria szokásos aszimmetriájával együtt $/2\text{--}3$ fokkal elorientált vágás/ anomális kontrasztot eredményezhet, de ugyancsak anomália tapasztalható a homoepitaxiás szeletek átmeneti rétegében keletkező ún. misfit diszlokációinál is¹.

1. Zsoldos Lehel: Homoepitaxiális Si rétegek határfelületén keletkező diszlokációk anomális kontrasztja /angol nyelven/. Fourth European Crystallographic Meeting /Abstract, Volume II./ Oxford 1977, PII.114, p. 640-641.

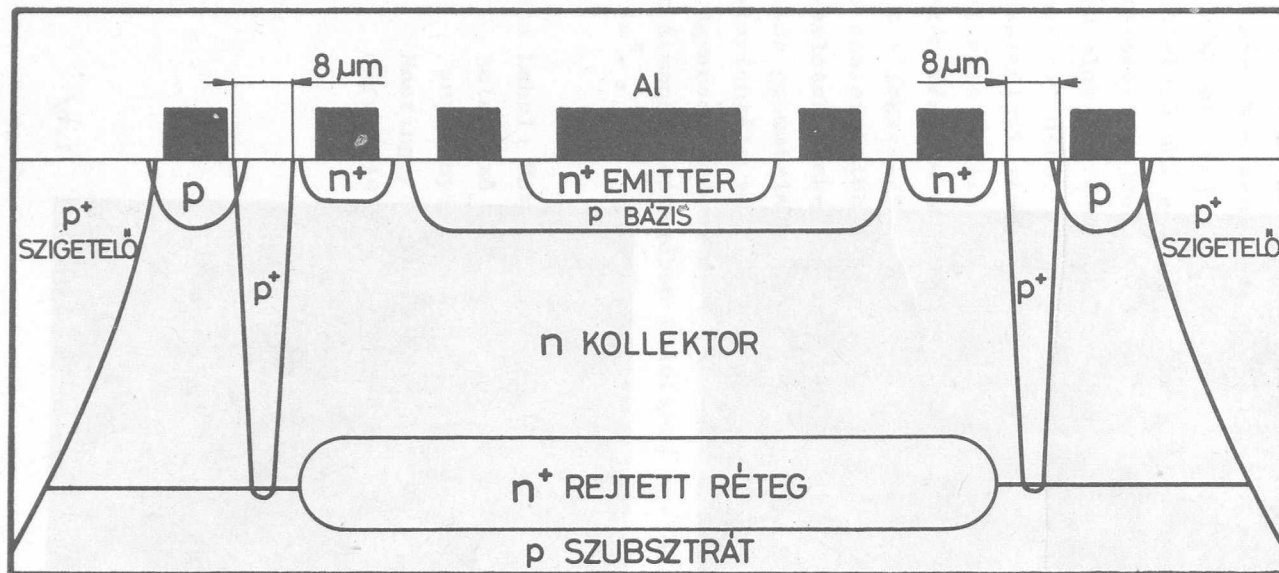


1.a/

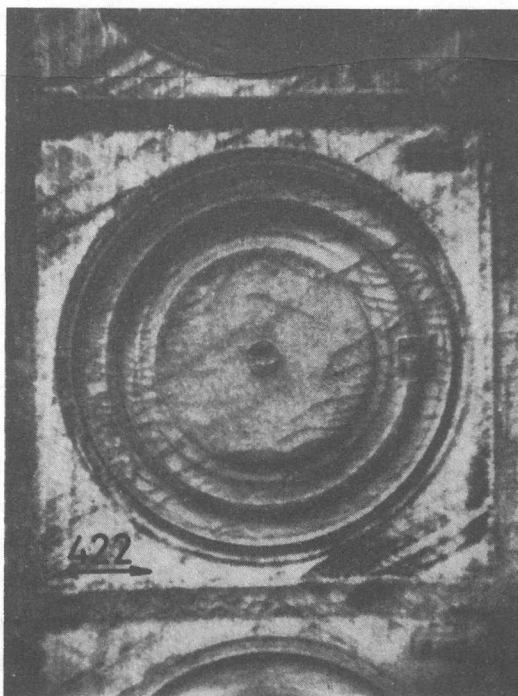


1.b/

1. ábra. Berg-Barrett
a/ kétkristályos
b/ reflexiós topogram
/Si MOS szerkezetről/.



2. ábra. Szilíciumon kialakított mérőábra keresztmetszeti rajza.



3. ábra. A 2. ábrán vázolt áramkör reflexiós topogramja. A nyíl a diffrakciós vektort jelzi, a négyzet éle 1,5 mm.

PÁSZTÁZÓ ELEKTRONMIKROSZKÓP — ELEKTRONSUGARAS MIKROANALIZÁTOR
/PEM — EMA/

Lábár János
Pozsgai Imre

Tóth Attila
Vladár András

A Szerkezetkutatási főosztályon felállított PEM-EMA alapkészüléket 1977 decembere óta használjuk.

A mikrotartományok elektronsugaras elemzése magába foglalja a pásztázó sugár által kiváltott összes jel feldolgozását. A mikroanalizátor egy JSM-35 típusu PEM-re épül. Ezzel, optimális esetben, szekunder elektronkép /SEI/ üzemmódban 5 - 7 nm felbontás is elérhető/max. 180000 x nagyítás/. Emellett alacsony nagyításban /min. 10 x/ és alacsony gyorsítófeszültséggel /min. 1 kV/ is torzításmentes képet ad, ami nagyon fontos a MOS integrált áramkörök vizsgálatánál.

A karakterisztikus röntgensugárzást hullámhosszdiszperziv /WDS/ és energiadiszperziv /EDS/ spektrométerrel detektálhatjuk. A két különálló spektrométer elektronikáját összekapcsolva komplex számítógépes analizátorrendszert kaptunk, ami új lehetőségeket nyit a kvantitatív mikroanalízisben, kiváltképp a kis rendszámú elemek esetében.

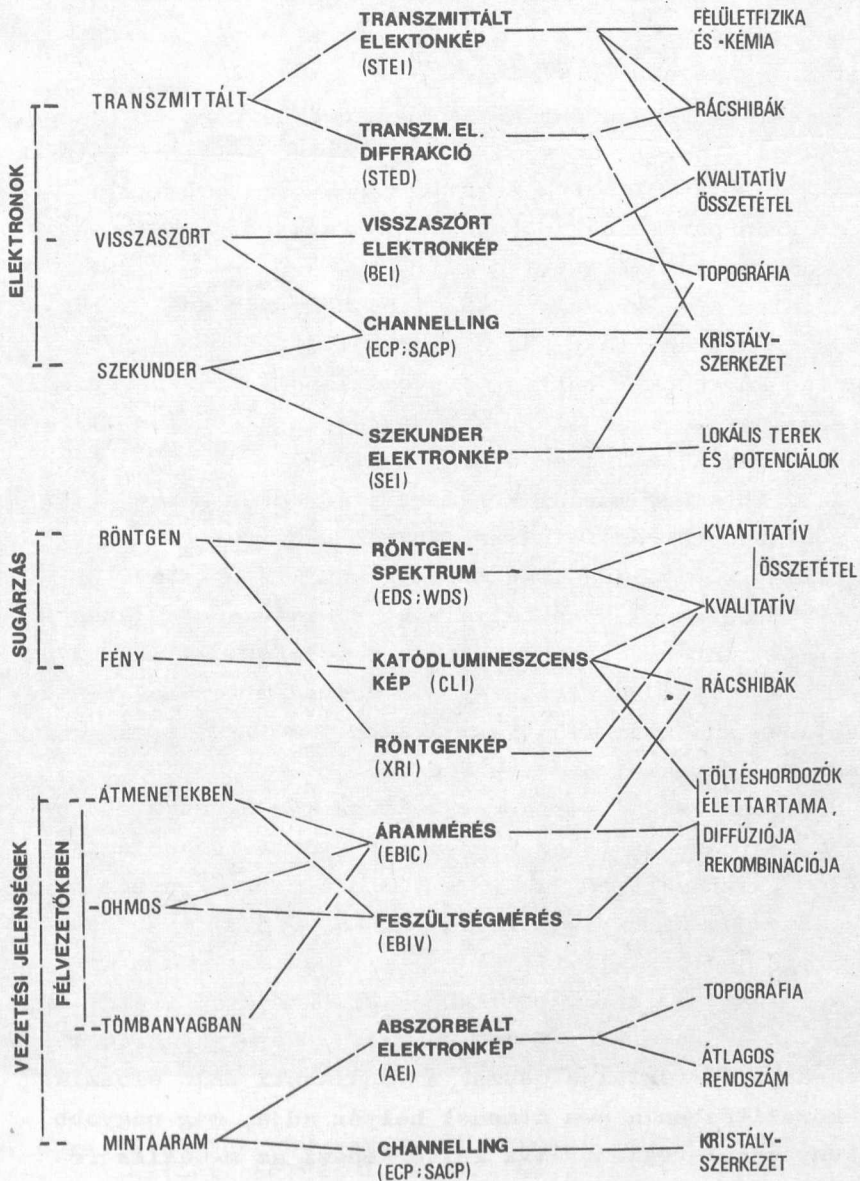
A harmadik fő terület az elektronsugár keltette vezetési jelenségek mérése /EBIC/ félvezető anyagokban és eszközökön. Az egyszerű hibaanalízis mellett törekedünk kvantitatív mérésre is /on-line komputeres adatgyűjtéssel/, melynek segítségével töltéshordozók élettartama és diffúziós hossza válik mérhetővé.

A berendezéssel detektálható jeleket és az általuk tanulmányozható anyagtulajdonságokat összefoglaló jelleggel mutatja az alábbi táblázat:

JEL

TECHNIKA

TULAJDONSÁG



Méréseink fő profilja félvezető eszközök fizikai és technológiai alapkísérleteihez, illetve nagybonyolultságú integrált áramkörök gyártásközi és gyártás utáni ellenőrzéséhez szükséges topográfiai, mikroelektromos és mikroanalitikai vizsgálatok végzése.

Jelentős részben integrált áramkörökön végzett topográfiai vizsgálatokról van szó, amelyek a technológiai lépések optimalizációját, illetve a hibakeresést szolgálják. Ezek gyakran párosulnak potenciálkontrasztos és kvalitatív röntgenanalitikai méréssel.

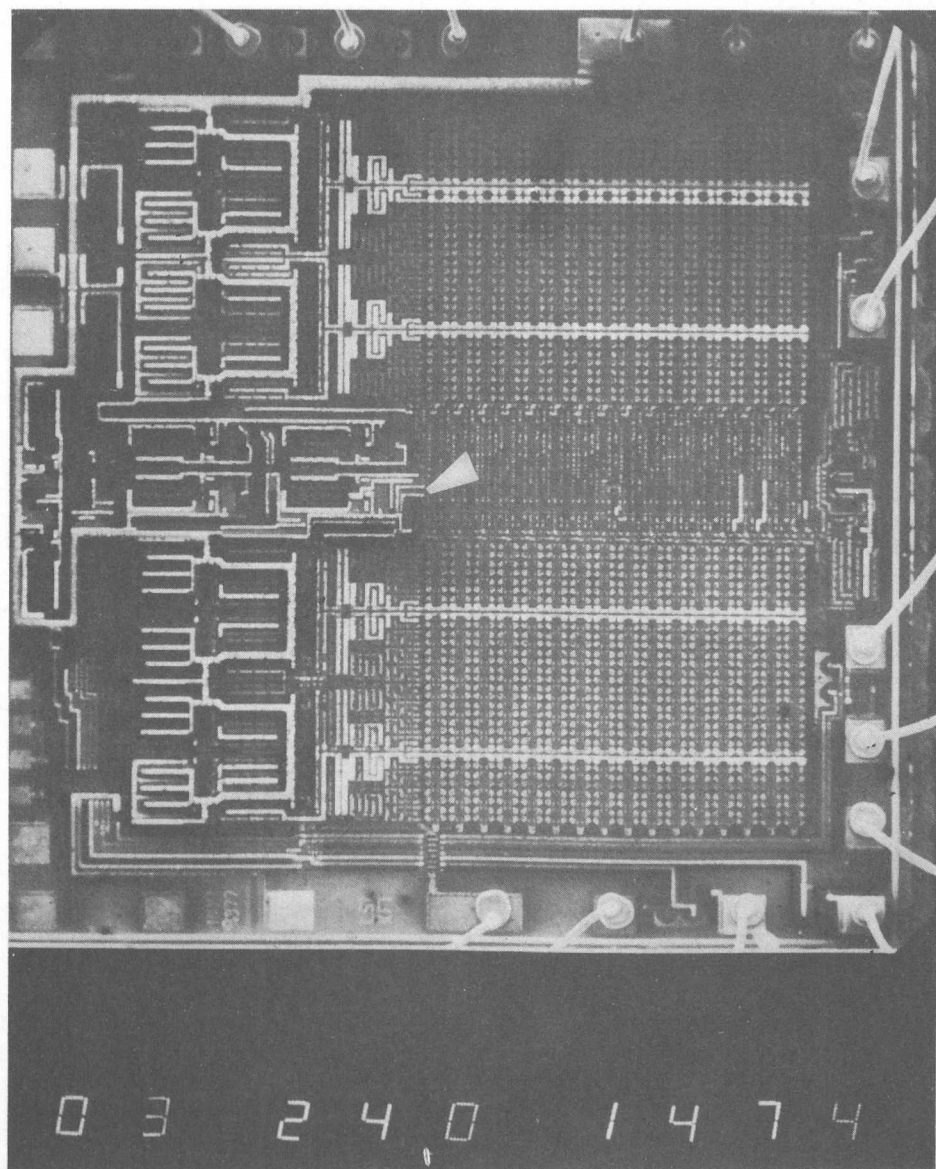
Az első két ábra egy 2048 bites ROM hibaanalizisét mutatja. A kicsinyítésű kép a hiba helyét, míg a nagyobb nagyítású annak okát mutatja /rétegátlapolás/. A potenciálkontraszt hatására az előfeszített részek a képeken világosabbak, így a szakadás jól azonosítható.

A 3. ábra egy marási kísérlet eredményét mutatja. Az Al K röntgensugárzás felhasználásával készített területi Al-eloszlás egy teljes IC-n mutatja a marás hatását.

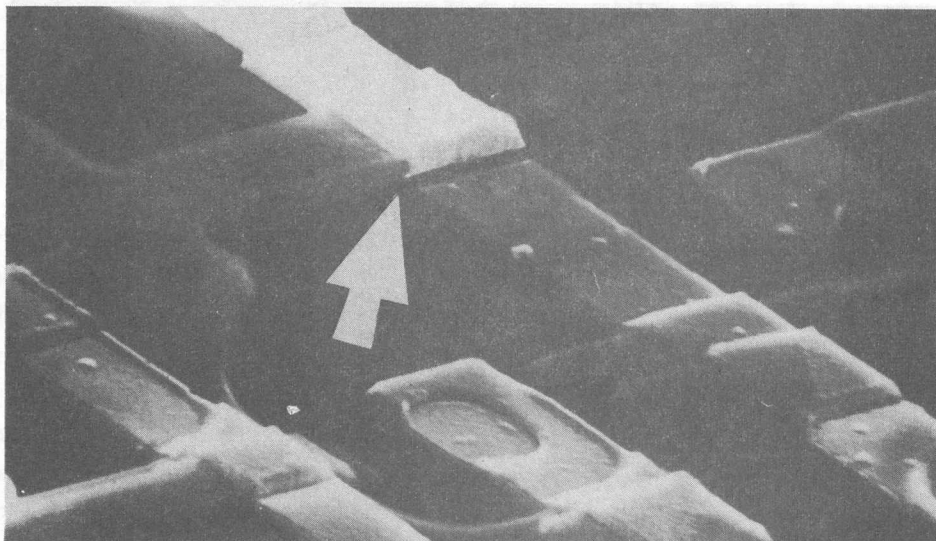
EDS módszerrel detektálva a Si és P K-csúcsok arányát, kvantitatív információt nyerhetünk a foszfor-szilikát üveg /PSG/ összetételére. Mivel így μm nagyságú terület roncsolásmentesen analizálható, kész áramköröket is vizsgálhatunk, ami más módszerekkel nem lehetséges.

Mikroanalitikai méréseket végzünk még egyéb elektronikai alkatrészekben és ezek anyagain gyártástechnológiai kérdések tisztázása céljából. A WDS mérés érzékenysége jellemző, hogy Si szelet felületén már 0,5 nm vastagságú oxidréteg is detektálható.

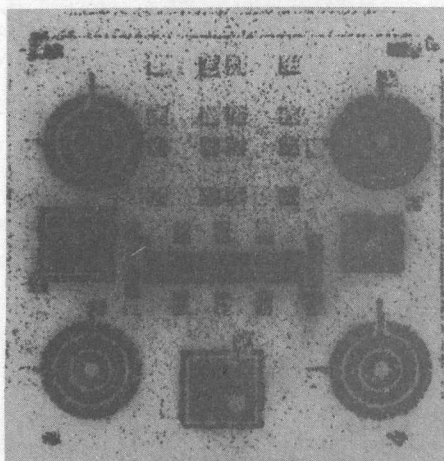
GaAs-GaAlAs infravörös LED eszközökön kvantitatív EDS, valamint EBIC méréseket végeztünk. A 4. ábra egy EBIC mérés eredményét foglalja össze. A vonalmenti EBIC eloszlás első közelítésben a p-n átmenet helyét adja, míg nagyobb érzékenységgel regisztrálva feltérképezi az n-GaAlAs réteget a rétegben keletkező katodolumineszcens fotonoknak az átmenetnél történő abszorpciója révén.



1. ábra. 2 kbit-es ROM eszközről potenciálkontrasztal készített felvétel. A nyíllal jelzett helyen fellépő szakadás több integrált áramkörön is előfordult. A kép alacsony, 3 kV nagyságú gyorsító feszültséggel készült, hogy a sugár a MOS elemek állapotát ne befolyásolja. Az előfeszített részek világosabbak. Nagyítás: 42x

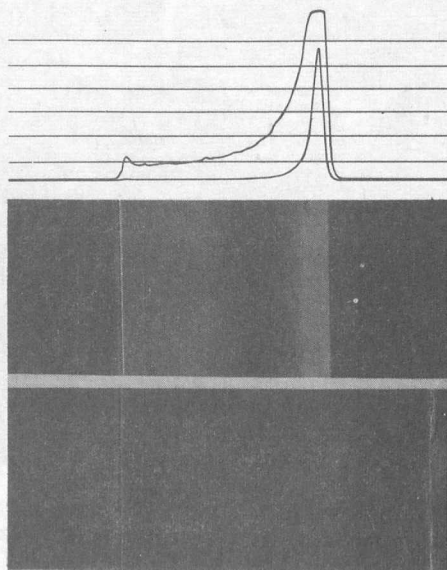


2. ábra. Erősebb /2300x/ nagyítású felvétel az 1. ábra nyílalal jelölt részéről. Látható, hogy a szakadás azért lép fel, mert a lépcső két rétege elcsúszott és az így kialakult bemélyedést a vezeték nem tudta követni.



3. ábra. XRI nagyítás: 27x

Kis nagyítású röntgenkép egy kísérleti IC felületén. A sötét részek alumíniumban dúsak. Megfigyelhető a különbség az egyes részek kimaródása között.



4. ábra. EBIC vonal 420x
EBIC területi
SEI

Infravörös LED keresztmetszétének letapogatásával nyert EBIC eloszlás.

VÉKONYRÉTEG-TECHNOLÓGIÁK FIZIKAI FOLYAMATAINAK VIZSGÁLATA

Barna Árpád

Barna B. Péter

Csanády Andrásné⁺

Radnóczy György

Tisza Sándor⁺⁺

Tóth Lajos

Az amorf hordozón előállított polikristályos vékonyrétegek szerkezete érzékenyen befolyásolható az előállítás paramétereivel. Munkánk célkitűzése a rétegekialakulás folyamatainak elemzése volt, különös tekintettel a beépülő idegen anyagok /adalékanyagok vagy szennyezések/ hatására, valamint a nagytisztaságú felületeken lejátszódó szilárd-fázisú reakciók elemi folyamatainak vizsgálatára.

A vizsgálatokat ellenállásfűtésű wolframhuzalról, illetőleg elektronbombázásos forrásból vákuumpárologtatással előállított alumínium és platina rétegeken végeztük. Hordozóként üveg vagy kvarclemezt, illetőleg transzmissziós elektronmikroszkópos vizsgálatok céljára mikrostélyra felvitt szilíciumoxid hárttyát használtunk. A hordozók hőmérsékletét 300-600 K között választottuk, míg a maradékgáz össznyomását 10^{-3} - 10^{-5} Pa között. Adalékanyagként nikelt párologtattunk egyidejűleg, egyes kísérletekben.

Eddigi munkánk során az idegen anyag atomjainak beépülési folyamatát, sajátos koncentrációadását vizsgáltuk. Vizsgálatainkat a rétegnövekedés két jellegzetes szakaszára, a szemcseösszenövés, és a továbbnövés szakaszára koncentráltuk. Megállapítható volt, hogy a kitüntetett helyeken, a szemcsehatárok mentén felhalmozódó idegen atomok, s az ezek esetleges reakciója során kialakuló új fázisok határozzák meg a szemcsék összenövését, a réteg további növesz-

⁺ ALUTERV FKI, Budapest

⁺⁺ MEDICOR MŰVEK, Budapest

tése, illetőleg hőkezelése során pedig a szemcsék növekedését.

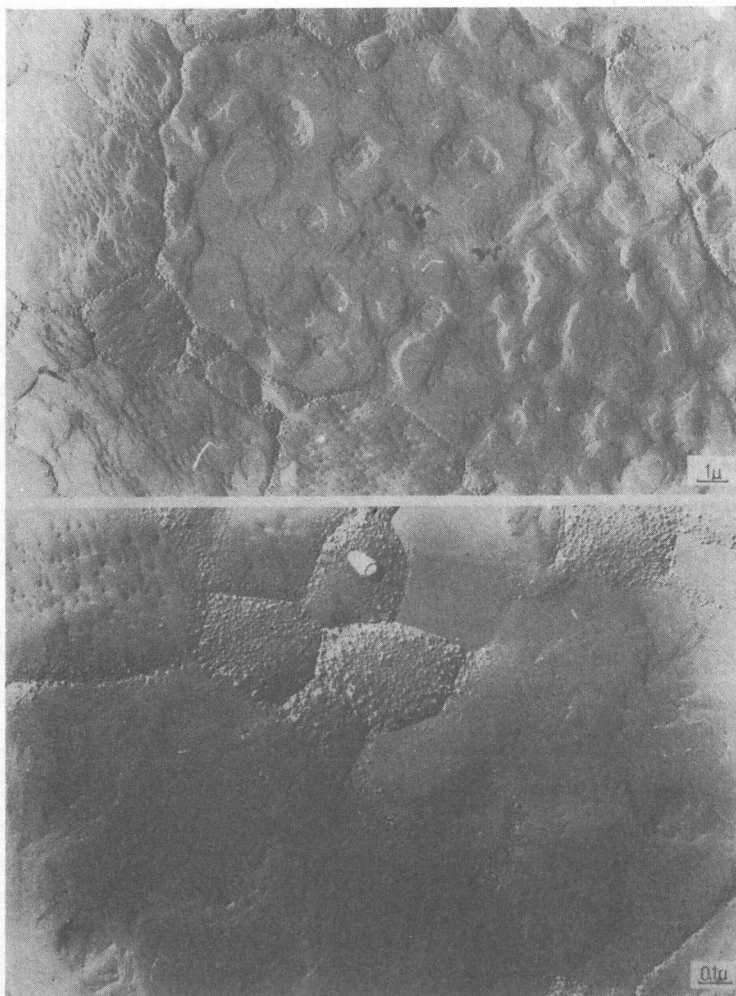
Az ultranagyvákuumú in-situ elektronmikroszkópos kísérleti berendezés lehetővé teszi az igen nagy tisztaságú felületek előállítását és a szilárdfázisú kémiai reakciók kinetikájának részletes elemzését. Ezzel a módszerrel aluminium rétegek felületi oxidációját vizsgáltuk.

Eredmények:

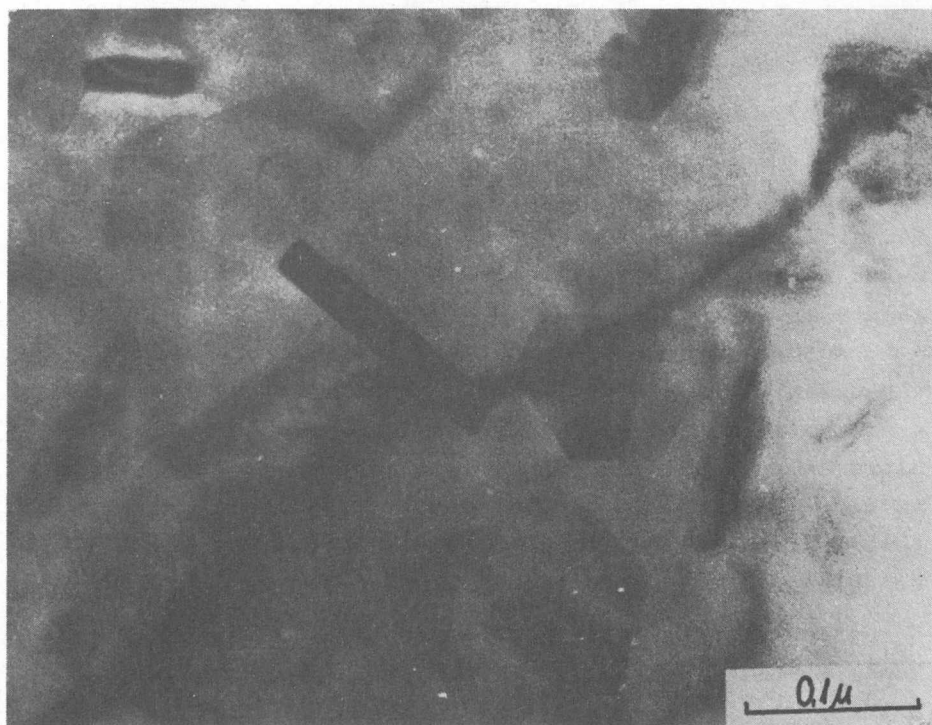
- Aluminium rétegek esetében megállapítható volt, hogy az oxid képződése, illetőleg a nikkel beépülése gátolja a folyadékszerű szemcseösszenövést. A második összetevők koncentrációjának növelésével csökken a szemcseméret, fokozatosan romlik a textura mértéke. Az oxid összefüggő fedőréteget képezhet a felnövő kristályok felületén, meggátolhatja azok továbbnövését, s ennek eredményeként azok felületén új magképződés indul meg. A nikkel egyidejű kondenzáltatása, /az 1 %-nál/ nagyobb koncentráció esetén, olyan háromdimenziós kiválások képződéséhez is vezethet, amelyek elsősorban a szemcsehatárokon jelennek meg.
- A rétegek felületi szerkezetének vizsgálata a kristálynövekedés mechanizmusára, a második összetevők atomjainak beépülésére ad magyarázatot. A második összetevő atomjai a réteges kristálynövekedés lépcsői mentén halmozódnak fel, s a koncentráció fokozatos növekedésével a második összetevőnek, illetőleg az azzal alkotott új fázisnak /pl. oxidnak/ a szilárd kiválásait hozzák létre. Ezek a helyek a növekedési lépcsők számára akadályt jelentenek. Az aluminium adatomoknak ezeken a helyeken kisebb a megkötési valószínűsége, mint a növekedési lépcsők többi helyén. Ez a folyamat esetenként üregképződéshez vezet /1. ábra/.
- Az in-situ kísérletekben párologtatással előállított aluminium kristályok nagy tisztaságú felületén a kristályos

oxidfázis kialakulása már 620 K hőmérsékleten megindul, és ez alacsonyabb, mint a korábbi vizsgálatokban meghatározott hőmérséklet /2. ábra/. Mangánnak a rétegbe történő beépítése gátolja az oxidációt.

- Az elektronbombázásos forrásból előállított platinarétegek szerkezetét igen érzékenyen befolyásolják azok a bomlástermékek, amelyek a maradékgázban jelenlévő szénhidrogén gőzökből a párologtatás alatt a réteg felületén katalitikus hatás eredményeként keletkeznek. Ezek hatására csökken a szemcseméret, eltűnik a textura, s ezzel egyidejűleg csökken az ellenállás hőmérsékleti tényezője és nő a hőmérsékleti tényező függése a hőmérséklettől. Ezek a jelenségek szintén e szilárd bomlástermékeknek a felnövő szemcsék felületén való felhalmozódásával és a szemcsehatárokbba való beépülésével értelmezhető.
- A fenti eredmények alapján a MEDICOR megbízásából kis hőtehetetlenségű felületi hőmérsékletmérő szondához platina ellenállásmérő elemet dolgoztunk ki.



1. ábra. 570 K hordozóhőmérsékleten 17 nm/s kondenzációsebességgel előállított 1 μm vastagságú alumíniumréteg felületének szerkezete /egylépéses lenyomata/.



2. ábra. A 570 K hordozóhőmérsékleten 10^{-6} Pa maradékgáz nyomás mellett 2 nm/s kondenzációsebességgel előállított alumíniumréteg felületén az előállítást közvetlenül követő 650 K hőmérsékletű hőkezelés során kialakuló Al_2O_3 kristályformák.

AMORF VÉKONYRÉTEGEK VIZSGÁLATA

Barna Árpád

Barna B. Péter

A. Dévényi⁺

Radnóczi György

H. Sugawara⁺⁺

P. Thomas⁺⁺⁺

Tóth Lajos

A vékonyrétegek kutatásának osztályunkon régi hagyománya van. Ennek szerves része volt az amorf rétegszerkezetek kialakulási mechanizmusának és tulajdonságainak vizsgálata is.

A 70-es évek elején indult vizsgálatssorozat során a vákuumban párologtatott amorf germánium néhány lényeges szerkezeti, kristályosodási tulajdonsága tisztázódott és ultravákuumú "in-situ" elektromos mérések is megvalósultak az elektronmikroszkópban. Az elmúlt időszakban a kutatás több irányban haladt tovább. Az elért eredményeket a következőkben lehet összefoglalni:

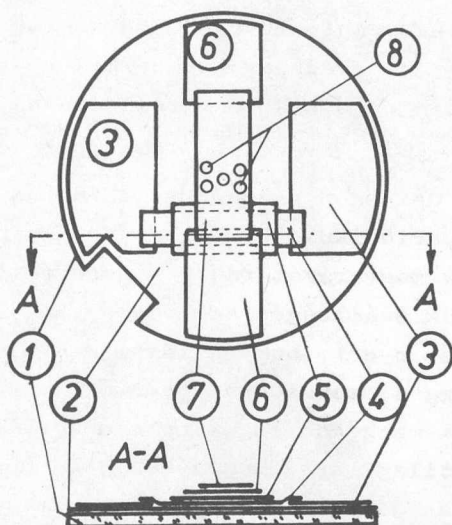
1. A korábban kidolgozott "in-situ" elektronmikroszkópos mérési módszereket továbbfejlesztve megvalósítottuk a termofeszültség mérését az elektronmikroszkópban^{1,2}.

A hőmérsékletgradienst a hordozó sajátos kiképzésével lehetett megvalósítani. Az 1. ábrán a 4 jelű Pt vékonyrétegellenállás szolgál egyrészt a hőmérséklet lokális megnövelésére, másrészt kalibrálás alapján a hőmérséklet mérésére /1. ábra/.

⁺ Együttműködés: Bukaresti Fizikai Intézet, Románia

⁺⁺ Vendégkutató: Tokyo University, Japan

⁺⁺⁺ Vendégkutató: Phillips Universitát, Marburg, NSzK.



1. ábra: Speciális hordozó a termofeszültség mérésére

1. - csillám "rostély"
2. - 20 nm SiO_x réteg /hordozó/
3. - A Pt ellenállás elektródái
4. - Pt vékonyréteg - ellenállás
5. - szigetelő SiO_x réteg 200 nm
6. - Pd - mérő elektródák
7. - A vizsgálandó vékonyréteg

/a mikroszkópban párologtatva/

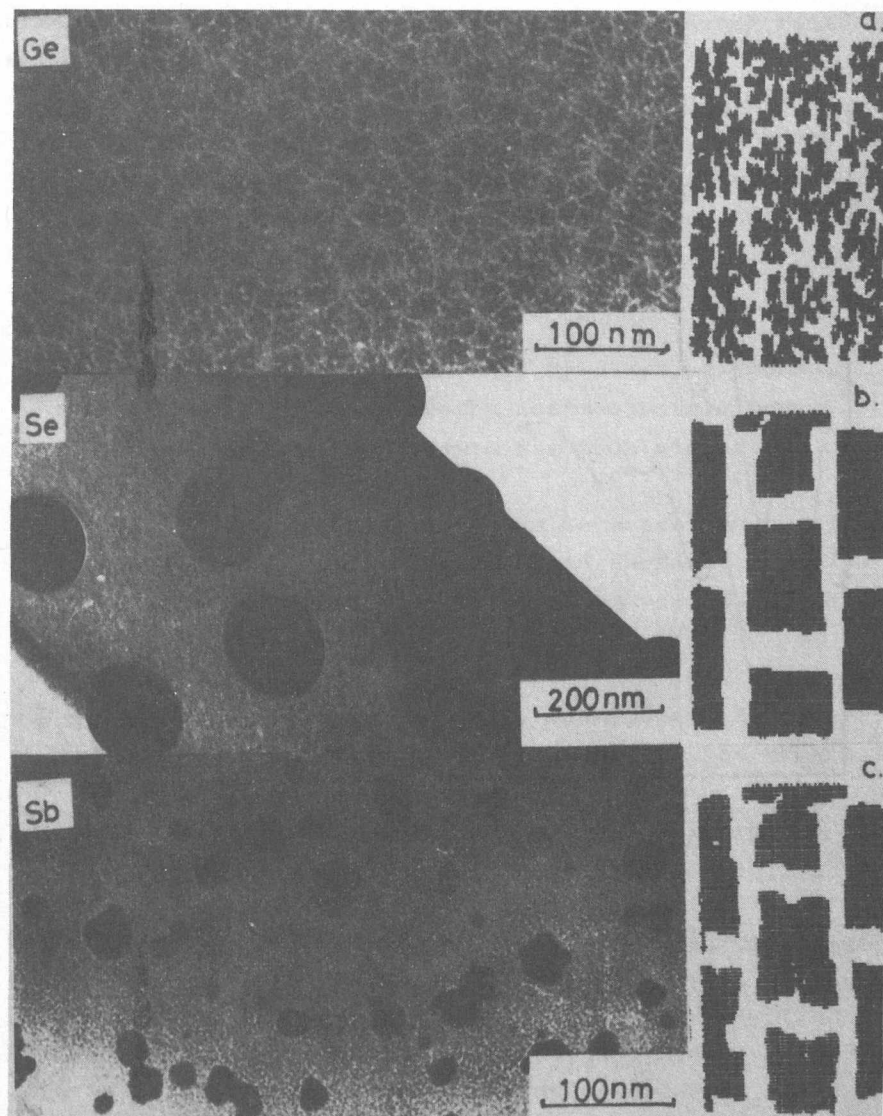
Az amorf Ge rétegeken végzett "in-situ" kísérletek bebizonyították, hogy a gázszennyezőknek /elsősorban az O_2 gáznak / hatása lehet a vezetési mechanizmusokra. Ez megjelenik a termoelektromotoros erő hőmérsékletfüggésében, sőt előjelében is. Az eredmények a Fermi-energiának a gázabszorpció hatására bekövetkező eltolódásával voltak értelmezhetők.

2. Az amorf Ge vékonyrétegekben korábban felfedezett sajátságos kváziperiodikus sűrűség-ingadozás /un. superháló/ létrejöttének magyarázatára az atomonkénti rétegfelépülést modelleztük számítógép segítségével^{3,4}.

Megállapítást nyert, hogy a létrejövő szemcsék alakja nagymértékben függ a szemcsékhez beérkező un. adatomok mozgékonyaságától. Ha mozgékonyaságuk erősen korlátozott, akkor a réteg gyakorlatilag két dimenzióban kezd nőni a magok körül. Jellegzetes dendritszerű képet ad a szimulálás ilyen esetre, nagyon hasonlóan a NaCl hordozóra párologtatott vékony amorf Ge rétegben megfigyelt szerkezethez /2.a. ábra/. Ha megengedett az adatomok diffúziója a már kialakult amorf részecskék felületén, akkor viszonylag tömör, gömb-süvegszerű szemcsealakot jósol a modell, amelyet pl. amorf Sb és Se rétegeknél lehet megfigyelni /2. ábra b. és c./.

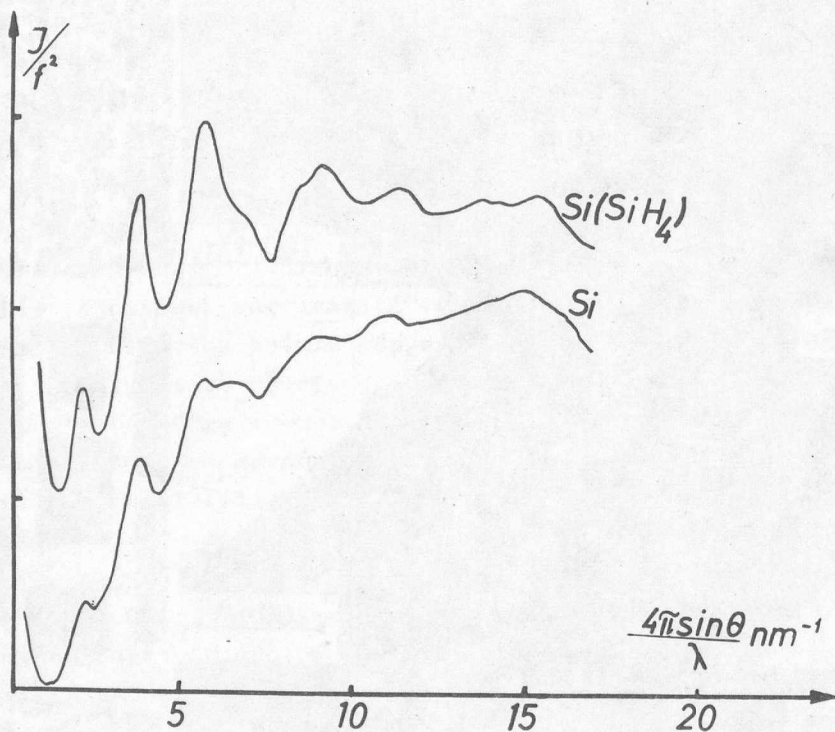
3. Különbféle amorf rétegek vizsgálata során az amorf Ge-hoz nagyon hasonló sűrűség-ingadozást, superhálót lehetett megfigyelni amorf Si, GdCo és GeMo mintákban. Nem volt azonban kimutatható a szilán radiofrekvenciás lebomlásakor keletkező un. "glow discharge" szilíciumban^{5,6,7}. Elektrondiffrakciós vizsgálattal sikerült különbséget kimutatni a kétféle amorf Si vékonyréteg szerkezetében⁸.

Az eredmények alapján az amorf rétegek inhomogén felépülését nagyon általános jelenségnek kell elfogadni, amely kapcsolatos a magképződési - növekedési folyamattal, de szerepet játszhatnak benne mechanikai feszültségek és szennyezők is. Véleményünk szerint egyes fizikai tulajdonságok jobb megértése válik lehetővé ennek az inhomogén



2. ábra Az adatok mozgékonyságának az amorf szemcsék alakjára gyakorolt hatása

- a/ - amorf Ge, NaCl hordozón, és számítógépes szimulációval nyert kép nem mozgékony adatok esetén;
- b/ - amorf Se réteg amorf szén hordozón, és a szimulált kép mozgékony adatok esetére;
- c/ - amorf Sb réteg szén hordozón és a szimulált kép, ahol az adatok mozgékonyysága már korlátozott.



3. ábra. A diffraktált nyaláb intenzitása $/I/$ osztva az atomi szorzástényező négyzetével $/f^2/$ /önkényes egységekben/. Kétféle módszerrel előállított Si réteg szerkezetének különbsége $/Si /SiH_4/$ -ből gázkisülésben lebontott és párologtatással előállított réteg/

λ = az elektron hullámhossza

2θ = szórási szög

szerkezetnek figyelembe vételével, tulajdonságainak feltárásával.

1. P.B.Barna, Á.Barna, Gy.Radnóczy, Gy.Stark, P.Thomas:
 "In-situ measurement of thermoelectric power of thin films in the electron microscope"/in Russian/
 Izvesztyija Akademii Nauk SzSzsZR Szenija
 Fiziceszkaja 2258 /1977/
2. Á.Barna, P.B.Barna, Gy.Radnóczy, Gy.Stark, P.Thomas,
 L.Tóth: "Realization of the thermoelectric power measurements in the in situ electron microscopy of thin films"
 Proc. 7th International Vacuum Congress and the 3rd International Conference on Solid Surfaces, Vol.II.
 1635-38. /E: R.Dobrozemsky, F.Rüdenauer, F.P.Viehböck, A.Breth, Vienna, 1977./
3. Á.Barna, P.B.Barna, Gy.Radnóczy, H.Sugawara, P.Thomas:
 "Computer Simulation of the post-nucleation growth of thin amorphous germanium films"
 Proc. IXth International Conference on Amorphous and Liquid Semiconductors, Edinburgh 19-23 /1977/.
4. Á.Barna, P.B.Barna, Gy.Radnóczy, H.Sugawara, P.Thomas:
 "Computer simulation of the post-nucleation growth of thin amorphous germanium films"
 Thin Solid Films 48, 163-174 /1978/.
5. Á.Barna, P.B.Barna, Gy.Radnóczy, H.Sugawara, P.Thomas:
 "Some Remarks on the structure and formation of thin amorphous films"
 Proc.Conference on Structure and Excitations of Amorphous Solids, /Ed.: G.Lucovsky, F.L.Galeener/, American Institute of Physics, New York, 1976.p.199-203.

6. Á.Barna, I.Nagy, Gy.Radnóczy, P.Thomas, L.Tóth:
"Investigation of the structure of amorphous thin films prepared by different methods"
Amorphous Semiconductors'76. Proc.of the International Conference /Ed. I.Kósa-Somogyi/
Akadémiai Kiadó, Budapest, 1976. p. 449.
7. A.Dévényi, G.Korony, G.Livescu, R.Manaila, C.Rusu, Á.Barna, P.B.Barna: "Electrical transport and thermopower in Mo/amorphous Ge films"
Amorphous Semiconductors'76. Proc.International Conference /Ed: I.Kósa-Somogyi/
Akadémiai Kiadó, Budapest, 1976. p. 527.
8. Á.Barna, P.B.Barna, Gy.Radnóczy, P.Thomas, L.Tóth:
"A comparative study of the structure of evaporated and glow discharge silicon"
Physica Status Solid /a/ 41 81-84. /1977/.

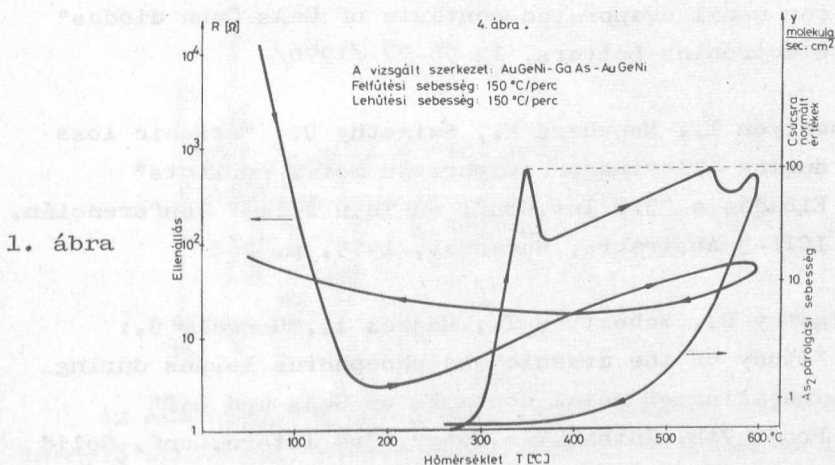
TÖMEGSPEKTROMÉTERES VIZSGÁLATOK A FÉLVEZETŐ TECHNOLÓGIA KAPCSÁN

Gergely György
Szigethy Dezső

Mojzes Imre⁺
Sebestyén Tibor⁺

Tömegspektrométeres vizsgálóberendezésünk Riber QML 51 kvadrupol spektrométert és EIVRT UHV elemekből felépített vákuumrendszert alkalmaz 10^{-6} Pa háttérnyomással. Kifejlesztettük a MOS technológiában alkalmazott N_2 nyomszennyezőinek meghatározási eljárását és a HIKI részére végeztünk elemzéseket.

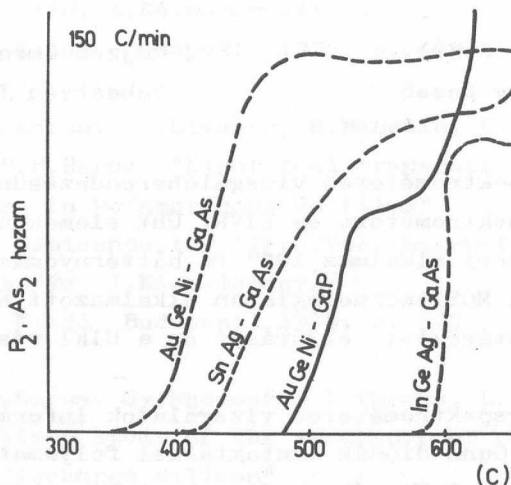
A tömegspektrométeres vizsgálatok információt szolgáltatottak GaAs Gunn-diódák kontaktálási folyamatainak feltárásához^{1,2}. Az AuGeNi vékonyréteg kontaktusok hőkezelésével egyidejűleg regisztráltuk a dióda ellenállását, és a felszabaduló As_2 -t. Az utóbbi ugrásszerű növekedését mutatja a tömegspektrométer az ötvöződési hőmérséklet elérésénél. Az 1. ábra mutat egy jelleggörbét, mely követi a teljes hőkezelési ciklust.



⁺ Félvezető főosztályról.

Az As_2 vagy GaP esetén a P_2 felszabadulási hőmérséklete függ a vékonyréteg kontaktus összetételétől, amint azt a 2. ábra mutatja.

2. ábra



Ezek a vizsgálatok lehetővé teszik a kontaktálási technológiai műveletek in situ követését és ellenőrzését.

1. Sebestyen T., Menyhard M. and Szigethy D.: "In-situ measurements of arsenic losses during annealing of the usual evaporated contacts of GaAs Gunn diodes" Electronics Letters, 12 96-97 /1976/
2. Sebestyen T., Menyhard M., Szigethy D.: "Arsenic loss during alloying of evaporated metal contacts" Előadás a "3rd Int.Conf. on Thin Films" konferencián. ICTF-3 Abstracts, Budapest, 1975. p. 2o2
3. Szigethy D., Sebestyen T., Mojzes I., Gergely G.: "Study of the arsenic and phosphorus losses during annealing of metal contacts on GaAs and GaP" Proc. 7th. Intern.Vac.Congr. 3rd Intern.Conf. Solid Surfaces. /Vienna 1977/ 1959.

AUGER-ELEKTRONSPEKTROSKÓPIA

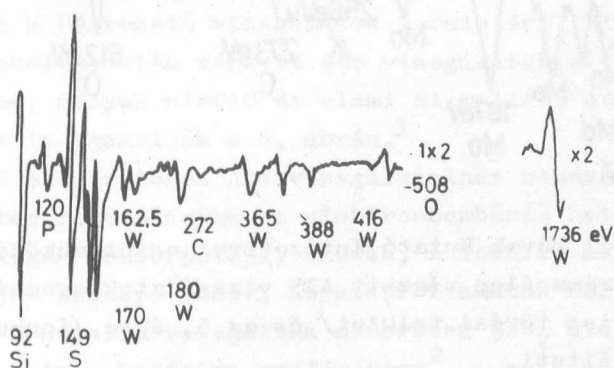
Gergely György

Menyhárd Miklós

LEED-Auger berendezésünket tovább fejlesztettük Riber OPC 103 CMA analizátor és az Intézetünkben tervezett, EIVRT által megépített speciális kamra üzembehelyezésével. Berendezésünk lehetővé teszi in situ tört felületek vizsgálatát, továbbá Ar^+ ionbombázásos mélységi eloszlások felvételét.¹

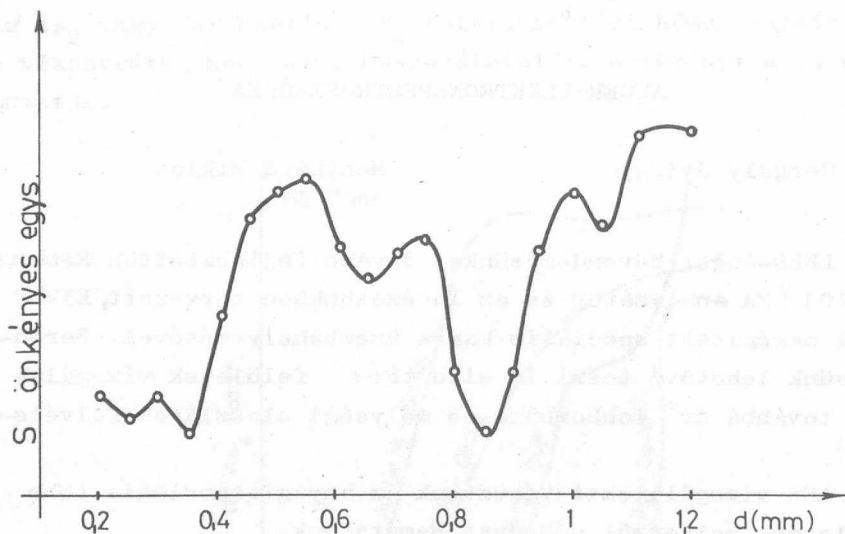
AES vizsgálatokat végeztünk az anyagtechnológia több területén, melyekből néhányat bemutatunk.

W huzal felületét ultravákuumban tisztítva, majd a huzalt in situ hőkezelve, az adalékok és nyomszennyezők diffúzió és szegregáció révén megjelennek a huzal felületén. Felületi koncentrációjuk függ a szemcsehatár koncentrációtól, hőkezelési ciklusoktól, lényeges szerepet játszik azonban az egyes elemek kölcsönhatása is. Az 1. ábra mutat egy tipikus Auger-spektrumot, a Si adalék mellett megjelennek a P és S nyomszennyezők, a C pedig karbid kötésben.

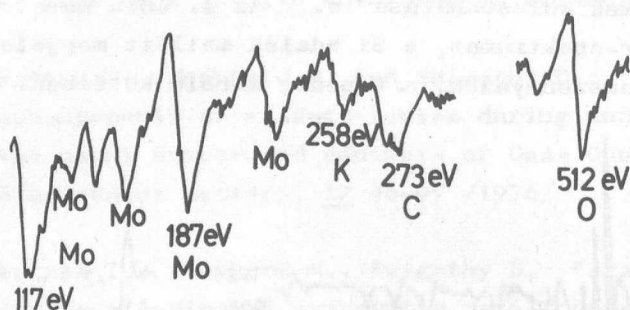


1. ábra

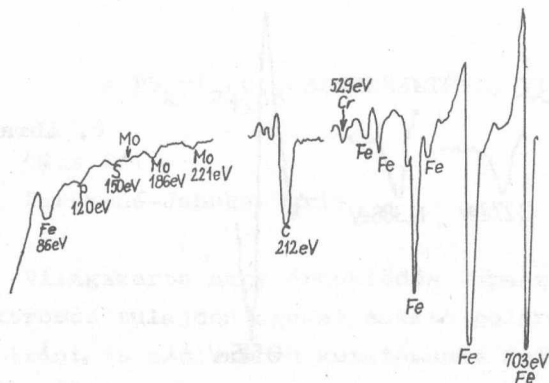
Az AES előnye a ppm koncentráció mellett 1 m huzalt igénylő analitikai módszerekkel szemben, hogy cm-es huzal mentén kimutatja pl. a S eloszlását, amint az a 2. ábrán



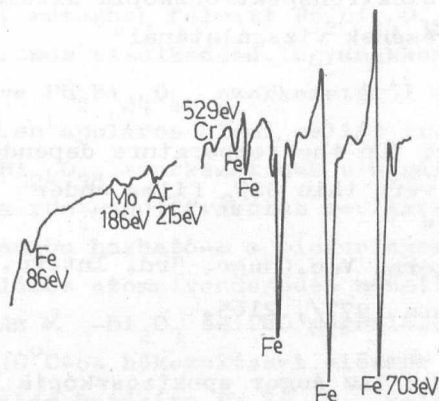
látható⁴. A 3. ábra az EIVRT Kutató Intézetével /Ádám J., Biróné/ együttműködésben vizsgált lángór cső Mo katódjának Auger-spektrumában a Mo mellett K jelenlétét mutatja, oxidált alakban³.



A Csepel Művek Kutató Intézetével együttműködésben meleg szerszámacélon végzett AES vizsgálatok eredményeit a 4. ábra /friss törési felület/ és az 5. ábra /ionbombázás után/ szemlélteti.



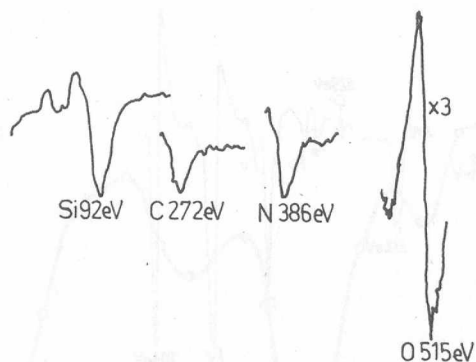
4. ábra



5. ábra

Végül a félvezető vizsgálatok területéről MIS Si_3N_4 réteg hőkezelése után végzett AES vizsgálatok eredményét mutatjuk be, melyek nitrid és elemi Si mellett oxid fázis jelenlétét is igazolják a 6. ábrán.³

A MOS SiO_2 rétegek AES vizsgálatainál nehézséget okoz az oxidréteg roncsolódása az elektronbombázás hatására, mely az oxigén deszorpcióját okozza. A lokális melegedésnek lényeges szerepe lehet. Az alapfolyamatok feltárása érdekében W huzalon vizsgáltuk monoréteg SiO_2 átalakulását elektronbombázás hatására szilíciumra².



6. ábra

1. Gergely Gy.: "Az Auger elektronspektroszkópia alkalmazása fémek rideg törésének vizsgálatánál"
Gép 29 187, 1977.
2. M. Menyhárd, G. Gergely: "On the temperature dependence of decomposition of very thin SiO_2 films under electron bombardment"
1977. Proc. 7th. Intern. Vac. Congr. 3rd. Intern. Conf. Solid Surfaces /Vienna 1977/, 2165.
3. Gergely Gy., Menyhárd M.: "Az Auger spektroszkópia néhány hazai alkalmazása technológiai folyamatok vizsgálatánál"
ELFT XVII. Vándorgyűlése, Eger, 1977.
4. M. Menyhárd: "Determination of grain boundary segregation by surface studies"
Scripta Met. 12 499-502 /1978/

A $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{38}$ SZERKEZETÉNEK VIZSGÁLATA

Gács Pál

Szép Iván

Farkasné-Jahnke Mária

Vadasdi Károly

Világszerte nagy érdeklődés tapasztalható a piezoelektromos tulajdonságokat mutató poláros szerkezetű anyagok iránt, és széleskörű kutatómunka folyik ilyen anyagok előállítására. Irodalmi adatok szerint a bizmutoxid és ólomoxid keverékéből szilárd fázisu reakcióban előállított, vékony rétegben felvitt $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{38}$ összetételű anyag piezoelektromos viselkedésű, ugyanakkor a vele rokon $\gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$ illetve $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{40}$ szerkezetéről eddig közölt modellek valamennyien apoláros elemi cellát irnak le. Így kíváncs volt a $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{38}$ szerkezetének vizsgálata és annak tisztázása, hogy a röntgendiffrakciós reflexiók intenzitáseloszlása összhangba hozható-e a piezoelektromos viselkedést magyarázó poláros atomelrendeződés modelljével.

Az $\alpha\text{-Bi}_2\text{O}_3$ és PbO megfelelő arányu keverékéből $705\text{--}710^\circ\text{C}$ -os hőkezeléssel először $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{40}$, majd ismételt hőkezelés hatására $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{38}$ keletkezett. A végtermék sztöchiometrikus összetételét a Pb oxidációs fokának mérésével állapítottuk meg, a szerkezeti azonosításuk pedig Guinier- de Wolff kamrában készült röntgendiffrakciós felvétel alapján történt.

A reflexiók elhelyezkedéséből megállapítható a szerkezet tércsoportja: $I23(T^3)$. A tércentrált köbös elemi cellában 24 Bi és 24 O ion a 24 f pozíciókat foglalja el, koordinátáik a következők:

0-ra $x = 0,36$ $y = 0,08$ $z = 0,21$

Bi-ra $x = 0,32$ $y = 0,18$ $z = 0,02$

Ez a szerkezeti váz, amely mind a $\gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$, mind a $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{40}$ vegyületben hasonló, $0,35\text{ nm}$ sugaru üres gömböt zár körül, melynek középpontja a kezdőpontban, illetve az elemi cella középpontjában van.

Ebben a két üregben helyezkedik el az egy-egy ólom ionból és hét-hét oxigénből álló csoport. Ezeknek a PbO_7 csoportoknak elhelyezkedésére olyan modelleket kerestünk, amelyek egyrészt kitüntetik a köbös elemi cella testátlói közül egy irányt, másrészt az adataikkal számolt röntgendiffrakciós intenzitás eloszlásai jól egyeznek a felvételeken mért intenzitáseloszlásokkal.

Ezeknek a követelményeknek egy olyan struktura tesz eleget, melyben az O és Pb ionok két egymásba hatoló tetraéder csucsain helyezkednek el és ezen tetraéderek közös tengelye az $\langle 111 \rangle$ irányba esik. Ilyen struktura négy különböző módon valósulhat meg.

Az első két modellnél hat O ion az elemi cella élein helyezkedik el, kezdőponttól számított távolságuk a rácsállandónak 0,25 illetve 0,31-szerese. A hetedik oxigén és a Pb ion az $[111]$ tengelyen található, ezek helycseréjével kapunk két változatot. A harmadik és negyedik modellben mind a hét oxigén és az ólom ion is $\langle 111 \rangle$ tengelyeken található, egyik esetben szabályos kocka csucsain. A második esetben az oxigének a kezdőponttól kissé távolabb, de kocka csucsain találhatók, és az ólom ion a kezdőponthoz közelebb kerül /0,04, 0,04, 0,04/ relativ koordinátájú helyre.

A négy lehetőség közül a "residuum paraméter" minimalizálásával választottuk ki azt a modellt, amely alapján számított intenzitáseloszlás a mért értékkel legjobban egyezett. Ez egyértelműen a legutolsóként leírt elrendezésre teljesült, ahol a diffrakciós felvétel első 11 vonalának adataiból számított residuum paraméter érték csak 9,8%. Ez a szerkezet ugyanakkor kitünteti az elemi cella valamelyik testátlóját, tehát magyarázza a $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{38}$ piezoelektromos viselkedését.

1. P. Gács, M. Farkas-Jahnke, I. Szép, K. Vadasdi:

"On the structure of /piezoelectric/ $\text{Pb}_2\text{Bi}_{24}\text{O}_{38}$ "

Eleventh International Congress of Crystallography,
Warsaw, 1978. aug. 3-12. /Poster/ Abstracts 16.1-41.

SZILÁRDTESTEK FELÜLETE ÉS AZOK VIZSGÁLATI MÓDSZEREI

Bodó Zalán⁺

Gergely György

Tanulmányt készítettünk¹, amely egyrészt a szilárdtest szabad felületének elméleti vizsgálatait, másrészt a "szabad felületek" előállítási lehetőségeit és az ezek kutatására kidolgozott legújabb módszereket ismerteti.

Pontosan igyekeztünk definiálni és ismertetni a makroszkópikus és a mikroszkópikus /atomfizikai/ szerkezetben a "felület" szerepét, az ezzel kapcsolatos fogalmakat, valamint a makroszkópikus és mikroszkópikus fizikai fogalmaknak egymással való kapcsolatát.

Megmutattuk, hogy a "háromféle" szilárdtest: a fém, a félvezető és a szigetelő felületfizikai szempontból is erősen különbözik egymástól. A különbségeket úgy érzékeltettük, hogy az egyes fizikai alapfogalmakat azokon az anyagokon vizsgáltuk, amelyeken azok szerepe mind elméleti, mind gyakorlati szempontból a legfontosabb. Ezért pl. a kilépési munka, a kontaktpotenciál: a fémeknél, az elektronaffinitás és Debye-hossz: a félvezetőknél, míg a "csapdák" definíciója és szerepe: a szigetelőknél került ismertetésre.

A továbbiakban áttekintést nyújtottunk a tiszta felületek előállításához szükséges kísérleti eljárásokról, eszközökről és összefoglaltuk a szabad felületek főbb paramétereinek mérésére kidolgozott kísérleti módszereket, ismertetvén a fotonoknak, az elektronoknak és az ionoknak a "felületi atomokkal" történő különböző kölcsönhatásait.

Megmutattuk, hogy a jelenlegi felületkutatások a fizika és a kémia teljes modern "fegyvertárát" felhasználva folynak.

1. Bodó Z., Gergely Gy.: "A szilárdtestek szabad felülete",

A szilárdtestkutatás újabb eredményei, 5. kötet

⁺

Kiemelt tudományos tanácsadó

OPTIKAI ELEKTRONIKAI FŐOSZTÁLY

ÁTTEKINTÉS AZ OPTIKAI ELEKTRONIKAI FŐOSZTÁLY KAPCSOLATAIRÓL

Schanda János

a. Kapcsolatok a társfőosztályokkal

A Főosztály kapcsolata a társfőosztályokkal igen sokrétűek. A Szilárdtest Optikai osztály tematikája szorosan kapcsolódik a Félvezető főosztályon folyó kutatómunkához, mind a Si téma, mind a III-V téma területén a főosztály kutatói aktívan közreműködnek a diagnosztikai vizsgálatokban. Ugyanakkor az integrált optikai kutatásokban a főosztályunk hathatós támogatást kap a Félvezető főosztálytól.

A Fotometriai osztály LED-témája ugyancsak sok szálon kapcsolódik a Félvezető főosztály munkájához, bár e területen a két társfőosztály feladatai már jobban elhatárolódnak.

Az Elektronikai osztály feladatai természetesen szorosan kapcsolódnak az Intézet szinte minden más részlegének munkájához, ezek közül néhány fontosabb, meg-

valósult berendezésről az elektronikai kutatásokat leíró részben számolunk be.

b. Külső kapcsolatok

A Főosztály külső kapcsolatai is igen élénkek. Azon túlmenően, hogy az Elektronikai osztály a társfőosztályokkal közösen is készített berendezéseket külső cégek számára, a Főosztály 12 külső szerződésen dolgozott az 1977-es évben.

Ezek közül itt csak a nagyobb volumenűeket kiemelve meg kell emlékezni a hazai LED fotometriai kutatások NDK-beli hasznosításáról: Az Intézet és a Werk für Fernsehelektronik közt fennálló együttműködés keretében 1977-ben indult meg célberendezések készítése Intézetünkben az NDK-s partner számára.

Jó a Főosztály kapcsolata az EIVRT-vel, ahol mind a fényforrás, mind a félvezető ágazat számára végzett kutatást az intézeti tematikának megfelelő területeken.

Az Intézetben korábban végzett lumineszcenciakutatás és az optikai berendezések konstrukciója terén nyert tapasztalatok alapján készítette el Intézetünk a Magyar Optikai Művek számára egy szűrős fluoriméter mintapéldányát.

Hagyományos kapcsolat áll fenn a Főosztály és a Konverta közt szinmérők és kontrasztmérők vizsgálata, a kritikus, csak jól felkészült optikai laboratóriumban végrehajtható mérések elvégzése terén.

Meg kell még emlékezni az OMFB támogatásával megindult fénytechnikai vizsgálatokról, melyek keretében a VBKM-EKA számára készült el egy lámpatestvizsgáló goniméter terve.

c. Kapcsolatok a szakmai egyesületekkel, bizottságokkal

A fény és szinmérés területén a Főosztály hazai helyzete szinte bázisintézmény jellegű. Ebből következik, hogy kapcsolataink a tématerület szinte összes

hazai és jelentősebb nemzetközi testületi, bizottsági szervével igen jó.

Az alábbi hazai bizottságokban működünk közre:

- Magyar Elektrotechnikai Egyesület Világítástechnikai Szakbizottságának intézőbizottsága
- Magyar Szin Bizottság elnöksége
- A MSZB Fény- és Szinmérési Szekciója
- CIE Magyar Nemzeti Bizottságának elnöksége

A nemzetközi bizottsági munka a következő területekre tagozódik:

- CIE /Nemzetközi Világítástechnikai Bizottság/ Vezetőségi tagság, 5 bizottság koordinálása, CIE TC-2.2. Detektorok bizottságának vezetése, s több szakbizottságban való tagság és konzulensi együttműködés
- AIC /Nemzetközi Szin Bizottság/ alelnöke jelenleg a Főosztály vezetője.
- IMEKO Foton-Detektor bizottság titkári teendőit látjuk el.
- 1977-ben választotta tagjai sorába a Méter Egyezmény "Fotometriai és Radiometriai konzultatív bizottsága" a Főosztály vezetőjét.

A Főosztály látja el néhány nemzetközi folyóirat területi szerkesztését, illetve a Főosztály tagjai a szerkesztőbizottság munkájában vesznek részt. Ezek közé tartoznak a Journal of Luminescence, a Color Research and Application és a hazai lapok közül a Fizikai Szemle.

d. A Főosztály nemzetközi kapcsolatai

Főosztályunk az alábbi külföldi intézetekkel tart fenn kapcsolatot, mely kapcsolat kölcsönös látogatásokat, tanulmányutakat, közös kutatásokat jelent.

A leningrádi Joffe Intézet	/A ^{III} B ^V félvezetők vizsgálata/
A kievi Félvezető Intézet	/A MOS típusu szerkezetek tulajdonságainak vizsgálata/
A BTA Általános és Szervetlen Kémiai Intézet	/Optikailag gerjesztett testek spektrális kisugárzásai/
A prágai Rádiótechnikai és Elektronikai Intézet	/Optoelektronika és Integrált Optika/
A moszkvai GIREDMET Intézet	/LED mérések/

SZILÁRDTEST OPTIKAI KUTATÁSOK

Andor László

Hoffmann György

Aszódi Gábor

Markó Imre

Barta Erzsébet

Peisner János

Gál Mihály

Sviszt Pál

a. Szilícium alapú szerkezetek vizsgálata

Si alapú szerkezetek tanulmányozásával kapcsolatban egyrészt azt vizsgáltuk, hogy miként lehet optikai mérésekből az anyag transzport tulajdonságaira következtetni, másrészt, hogy az optikai módszerek a félvezető technológiában szokásos eljárások ellenőrzésére miként használhatók, hogyan lehet vizsgálati technikáink segítségével az eszköz várható teljesítőképességére következtetést levonni. Az alkalmazott módszerek a következők voltak:

a/ fotoemisszió

b/ infravörös abszorpció

c/ termostimulált vezetőképesség.

Az alábbiakban röviden beszámolunk az egyes területeken elért főbb kísérleti eredményeinkről:

Az infravörös abszorpciómérés segítségével erősen adalékolt félvezetők szabad töltéshordozóinak tulajdonságaira kaphatunk felvilágosítást. Ez a technika igen perspektivikusnak mutatkozott réteges szerkezetek vizsgálataira is. Az előtanulmányok azonban azt mutatták, hogy a rendelkezésre álló adatok nem elegendőek az ilyen számítások elvégzéséhez. Ezért tanulmányozni kellett a tömbi Si optikai és elektromos tulajdonságainak összefüggéseit. E vizsgálatok során az effektív tömeg értékének meghatározására Kramers-Kronig-analizisen alapuló módszert dolgoztunk ki az olyan esetekre, amikor az opti-

kai méréseken alapuló más módszerekben használatos közeli-tések nem tarthatók. A javasolt módszert különbözően adalékolt n- és p-típusú szilíciumra ellenőriztük. Jó egyezést találtunk a számított és a mások által mért értékek között p-típusú szilícium esetén akkor, ha a dielektromos állandóhoz a sáv-sáv átmenetek hozzájárulását is számításba vettük^{1,2}.

Az infravörös abszorpciós technika a félvezetők felületén kialakított szigetelő rétegek adalékolásának ellenőrzésére is alkalmasnak látszik. Ezt a módszert alkalmaztuk a félvezető eszközök technológiájában használatos, Si hordozóra kémiai uton leválasztott SiO_2 és Si_3N_4 rétegek összetételének meghatározására. IR abszorpción alapuló, roncsolásmentes eljárást dolgoztunk ki, amellyel adalékolt SiO_2 rétegek B, illetve P koncentrációját határoztuk meg³. Az oxidkoncentrációk ismeretében becslést adtunk az oxidréteggel mint diffúziós forrással a Si hordozóban készített, diffundált réteg felületi koncentrációjára, és a p-n átmenet mélységére. A nyert felületi koncentráció bórra $\pm 13\%$ -al, a foszforra 28% -al tér el a szokásos, vagyis az Irvin-módszer segítségével kapott értéktől. Az IR abszorpcióval kapott p-n átmenet mélység bórra $\pm 12\%$ -kal, a foszforra pedig $\pm 5\%$ -kal tér el a szokásos, ferdecsiszolattal kapott értéktől.

Gyengített totálreflexió /ATR/ segítségével vizsgáltuk a MNOS eszközökben használt Si_3N_4 rétegekben levő NH, SiH és SiO csoportokat. E vizsgálatokkal az eszközök stabilitását, működési megbízhatóságát befolyásoló szennyezésekre kaphatunk felvilágosítást.

A MOS és MNOS szerkezetek működési jóságát a kialakított energia-sávszerkezet és elektrontranszport tulajdonságai nagymértékben befolyásolják. E tulajdonságok vizsgálatára a fotoemissziós technika igen hatékornak mutatkozott. 1977-ben megkezdjük egy olyan vizsgálati módszer kidolgozását, mely lehetővé teszi a vékony szigetelőrétegekben levő csapdaszintek lokalizációjának és átlagos

koncentrációjának kimutatását. Ezt alkalmazni lehet a MNOS eszközök töltéstároló tulajdonságainak vizsgálatánál. Foto-elektronokat injektáltunk a Si-SiO₂-Al típusu MOS-kondenzátorban mind az Al, mind pedig a Si oldalról. Az alkalmazott minták fő technikai paramétereit:

$$R_{Si} = 1 - 1,5 \text{ cm}$$

$$d_{SiO_2} = 70 - 120 \text{ nm}$$

$$d_{Al} = 13 \text{ nm /féligáteresztő ablak/ } \phi = 0,7-1 \text{ mm}$$

$$d_{Al} = 200 \text{ nm /el. kontaktus/ } \phi = 0,7-1 \text{ mm}$$

Az oxidot a Si szeletre termikusan növesztettük. A mérési elrendezést az 1. ábra mutatja. Az adatok kiértékelésénél a kvantumhatásfok frekvenciafüggését illetve külső tértől való függését használtuk fel. Ezekből a küszöbenergiákra, valamint az oxidbeli elektron közepes szabad úthosszra a következőket kaptuk:

$$E_{bo} = 2,15 \pm 0,2 \text{ eV} \quad \text{Al-SiO}_2 \text{ határrétegre}$$

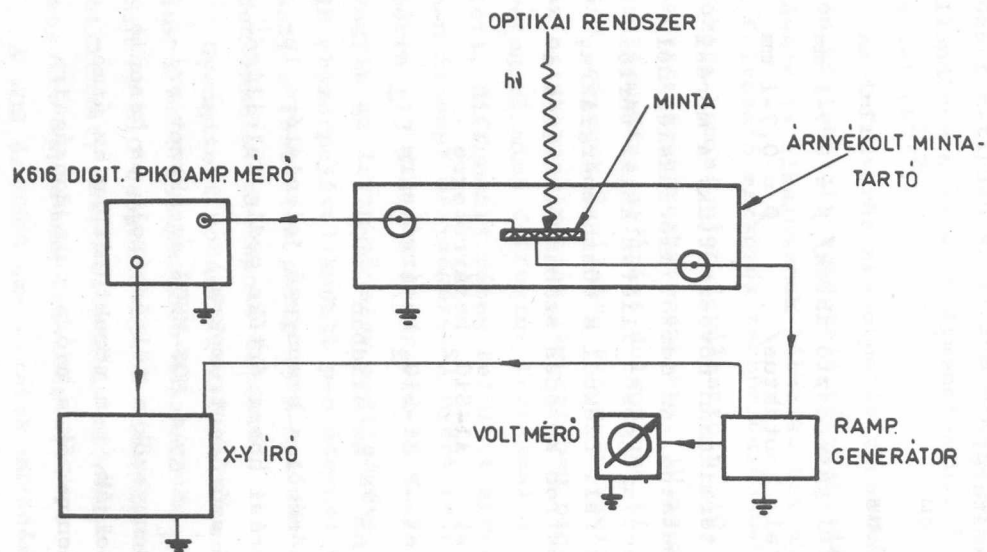
$$E_{bo} = 4,2 \pm 0,2 \text{ eV} \quad \text{Si-SiO}_2 \text{ határrétegre}$$

$$\Lambda = 4,0 \pm 0,5 \text{ nm} \quad \text{az oxidban}$$

A küszöbenergiák csökkenéséből a szennyező jelenlétére lehet következtetni, a szórási hossz értéke pedig felvilágosítást adhat a különböző szórócentrumokra.

Természetesen éppúgy, ahogy a MOS-MNOS szerkezet szigetelő rétegében lévő szennyezők a töltéstároló és hasonló tulajdonságokat befolyásolják, p-n struktúrákban az átmenet közelében beépült szennyezők a dióda tulajdonságaira vannak hatással.

A szilícium eszközök aktív tartományában lévő arany és nehézfém adalék- és szennyező anyagok döntő mértékben befolyásolják az eszközök működését. Hatásmechanizmusuk azon alapszik, hogy a szilícium tilos sávjában megengedett állapotokat hoznak létre, amelyek képesek hosszabb-rövidebb ideig töltéshordozókat lokalizálni. A termostimulált áramok

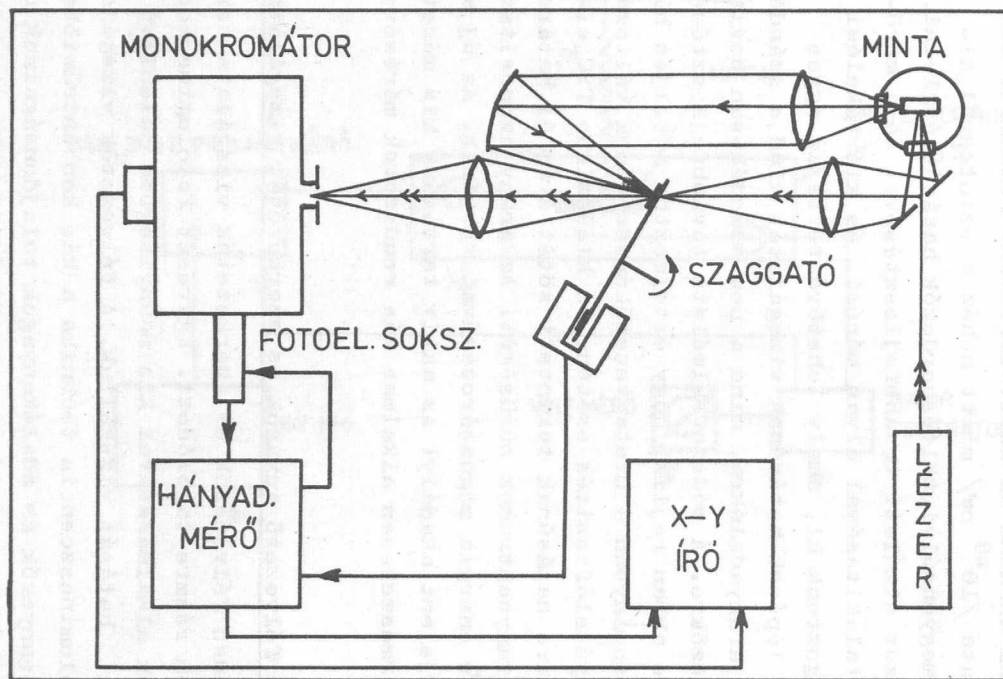


1. ÁBRA
MOS - FOTOÉMISSZIÓHOZ HASZNÁLT MÉRÉSI
ELRENDEZÉS EGYENÁRAMÚ MÉRÉSHEZ

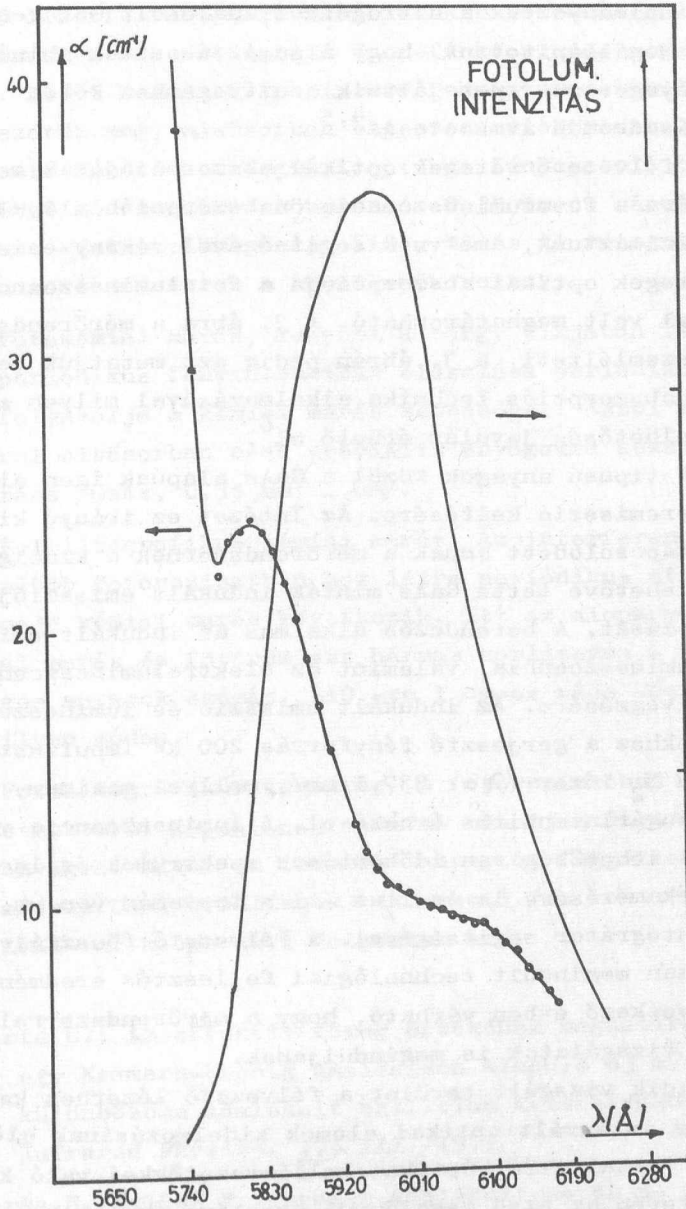
/TSC/ méréséből információt lehet kapni ezen állapotok helyzetéről, sűrűségéről és befogási tulajdonságairól. A nagy ellenállású tömbkristályok minősítésére kidolgozott módszert már használták félvezető p-n átmenetek vizsgálataira speciálisan kialakított mintákon. A gyári méretű diódák mérésénél azonban az aktiv tartomány rendkívül kicsiny térfogata $/10^{-8} \text{ cm}^3/$ miatt nehéz a szintekről kiszabaduló nemegyensúlyi töltéshordozók hatását észlelni, ezért a módszer elméleti továbbfejlesztésével és a mérőberendezés átalakításával olyan mérési és kiértékelési eljárást dolgoztunk ki, amely lehetővé tette az egyes technológiai lépések hatásának vizsgálatát mind a szándékosan bevitt aranyadalékra, mind a nem szándékosan bevitt egyéb szennyezőkre. A módszer elméleti továbbfejlesztésének a lényege abban rejlik, hogy értelmeztük a teljes hőmérséklettartományban a minta vezetőképességének változását záróirányú előfeszítés esetén, és klasszikus TSC elméletben zavaró hatásának tekintett sötét áramból határoztuk meg az aranycentrumok sűrűségét. Az arany azonosítása az aktivációs energia meghatározásával történik. Az új módszerrel nem jelent akadályt az aktiv tartomány kis mérete. A módszer természetesen alkalmas más rendszerek mérésére is.

b. III-V típusú félvezető anyagok és szerkezetek vizsgálata

III-V típusú félvezetők és szerkezetek vizsgálata terén munkánk három részre tagozódott. Egyrészt fotolumineszcencia módszerek alkalmazásával kis mennyiségben jelenlévő szennyezések hatását vizsgáltuk. A félvezetők vizsgálata során a fotolumineszcencia technika a kis koncentrációban jelenlévő szennyezők és adalékanyagok tulajdonságainak meghatározásánál és a sugárzásos rekombináció mechanizmusának tisztázásánál alkalmazott módszer. A nagyobb felbontóképesség érdekében kifejlesztettük és alkalmaztuk a hőmérséklet modulált fotolumineszcencia technikát. E módszer segít-



2. ábra. Fotolumineszcencia-önabszorpción alapuló
abszorpciós spektrométer blokkvázlata



3. ábra. $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ / $x = 0,77$ / fotoluminesz-
cens és abszorpciós szinképe

ségével tanulmányoztuk a nitrogénnel adalékolt GaP rendszereket. Megállapítottuk, hogy a sugárzásos rekombinációban lényeges szerepet játszik a nitrogénhez kötött exciton másodrendű átmenete is^{4,5}

Vékony félvezető rétegek optikai abszorpciójának meghatározására a fotolumineszcencia önabszorpción alapuló mérést alkalmaztunk, amelynek segítségével vékony epitaxiás rétegek optikai abszorpciója a fotolumineszcencia technikával volt meghatározható. A 2. ábra a mérőrendszer vázlatát szemlélteti, a 3. ábrán pedig azt mutatjuk be, hogy az önabszorpciós technika alkalmazásával milyen mérési észlelhetőség javulás érhető el⁶.

A III-V típusú anyagok közül a GaAs alapúak igen alkalmasak lézeremisszió keltésére. Az Intézet ez irányú kísérleteihez kapcsolódott annak a mérőrendszernek a kidolgozása, mely lehetővé tette GaAs minták indukált emissziójának tanulmányozását. A berendezés alkalmas az indukált emisszió, a lumineszcencia, valamint az elektrolumineszcencia mérések elvégzésére. Az indukált emisszió és lumineszcencia mérésekhez a gerjesztő fényforrás 200 kW impulzusteljesítményű N_2 lézer $\lambda = 337,1 \text{ nm}$, mellyel maximum 10 MW/cm^2 sugárintenzitás érhető el. A lumineszcencia vizsgálatoknál lehetőség van időbontásos spektrumok és lecsengési görbék mérésére is az $1 \mu\text{s} - 1 \text{ s}$ tartományban ún. box-car integrátor segítségével. A Félvezető főosztályon párhuzamosan megindult technológiai fejlesztés eredményeként a következő évben várható, hogy a mérőrendszerrel a kísérleti vizsgálatok is meginduljanak.

A harmadik vizsgált terület, a félvezető lézerhez kapcsolódóan, az integrált optikai elemek kidolgozásának előkísérleteit tartalmazza. Optikai hullámvezetőkkel való kísérletek terén az első megoldandó probléma az optikai teljesítménynek a rétegbe való be- és kikapcsolása. Ennek két szokásos módszere a prizmás és a rácsos csatolók alkalmazása. Mivel Intézetünkben félvezető lézer kidolgozásával is foglalkozunk, s ott távlatilag az elosztott visszacsá-

tolású lézerre vonatkozó kísérletekre is szükség lesz, választásunk a rácsos csatoló és reflektor kidolgozására esett. Ezért holografikus interferencia rácsok előállítását kezdtük meg, elsősorban elosztott visszacsatolású félvezető lézer és integrált optikai fénycsatoló céljaira. Különböző módszerekkel $1\text{ }\mu\text{m}$ -os és $0,35\text{ }\mu\text{m}$ -os rácsállandójú rácsokat készítettünk GaAs, SiO_2 , Si és Al rétegeken. Az alkalmazott módszerek a következők voltak:

- i/ Fotokémiai marás, melynél a tárgy síkjában létrejövő periódikus fényintenzitás eloszlása periódikusan befolyásolja a kémiai marás sebességét. Ezzel a módszerrel elsősorban csak speciális anyagokra készíthető rács /GaAs, $0,35\text{ }\mu\text{m}$; $1\text{ }\mu\text{m}$ /.
 - ii/ Fotolitografikus kémiai marás. Az interferencia kép előbb fotorezisztben hoz létre periódikus struktúrát, majd kémiai marás következik. Itt az alapanyag, kémiai marás és fotoreziszt hármas korlátozza a lehetséges anyagok számát. SiO_2 -re $1\text{ }\mu\text{m}$ -os rács készült ilyen módon.
 - iii/ Fotolitografikus ionmarás. A fotorezisztben létrejött struktúrát argonionos maróval másoljuk át a kívánt anyagra. Mivel az ionmarás anyagtól független, ez a módszer univerzálisnak tekinthető /az ionmarást a KFKI-val kooperálva dolgoztuk ki/.
1. Barta E.: Az effektív tömeg értékének meghatározása egy Kramers-Kronig analízisen alapuló új módszerrel, különbözően adalékolt szilícium kristályokban.
Infrared Physics, 17, 111 /1977/
 2. Barta E.-Halász F.: Erősen adalékolt p- és n- típusú szilícium optikai állandóinak meghatározása Kramers-Kronig analízissel.
Infrared Physics, 17, 319 /1977/

3. Hoffmann Gy.-Hermann L.- Puskás L.- Kovács P.- Nagy A.:
Pirolizissal és ion implantálással adalékolt SiO_2
rétegek bór és foszfor koncentrációjának összehason-
lítása infravörös abszorpcióval.
J.Phys.D.: Appl.Phys. 10, 1509 /1977/
4. Beleznay F.- Gál M.: Excitonok hőmérsékletfüggő tunne-
lezése nitrogénnel adalékolt GaP-ban.
J.Phys.D: Solid State Phys. 10, 1691 /1977/
5. Gál M.: Hőmérséklettel modulált fotolumineszcencia
nitrogénnel adalékolt GaP-ban.
Solid State Communs 22, 425 /1977/
6. Gál M.- Görög T.- Keresztúry A.: Abszorpciós és fotolu-
minescens mérések nitrogénnel adalékolt indirekt
 $\text{GaAs}_{1-x}\text{P}_x$ -ben.
Solid State Communs, 21, 49 /1977/

FOTOMETRIAI KUTATÁSOK

Czibula György

Pálmai Éva

Kántor Károly

Schanda János

Lux György

Tóth Béla

Urhegyi Károlyné

A fotometriai kutatásaink három fő tématerületre összpontosulnak:

- a/ Világító diódák fotometriája
- b/ Fényforrások világítástechnikai jellemzői
- c/ Biológiaiilag aktiv optikai sugárzások vizsgálata.

a/ Világító diódák fotometriája

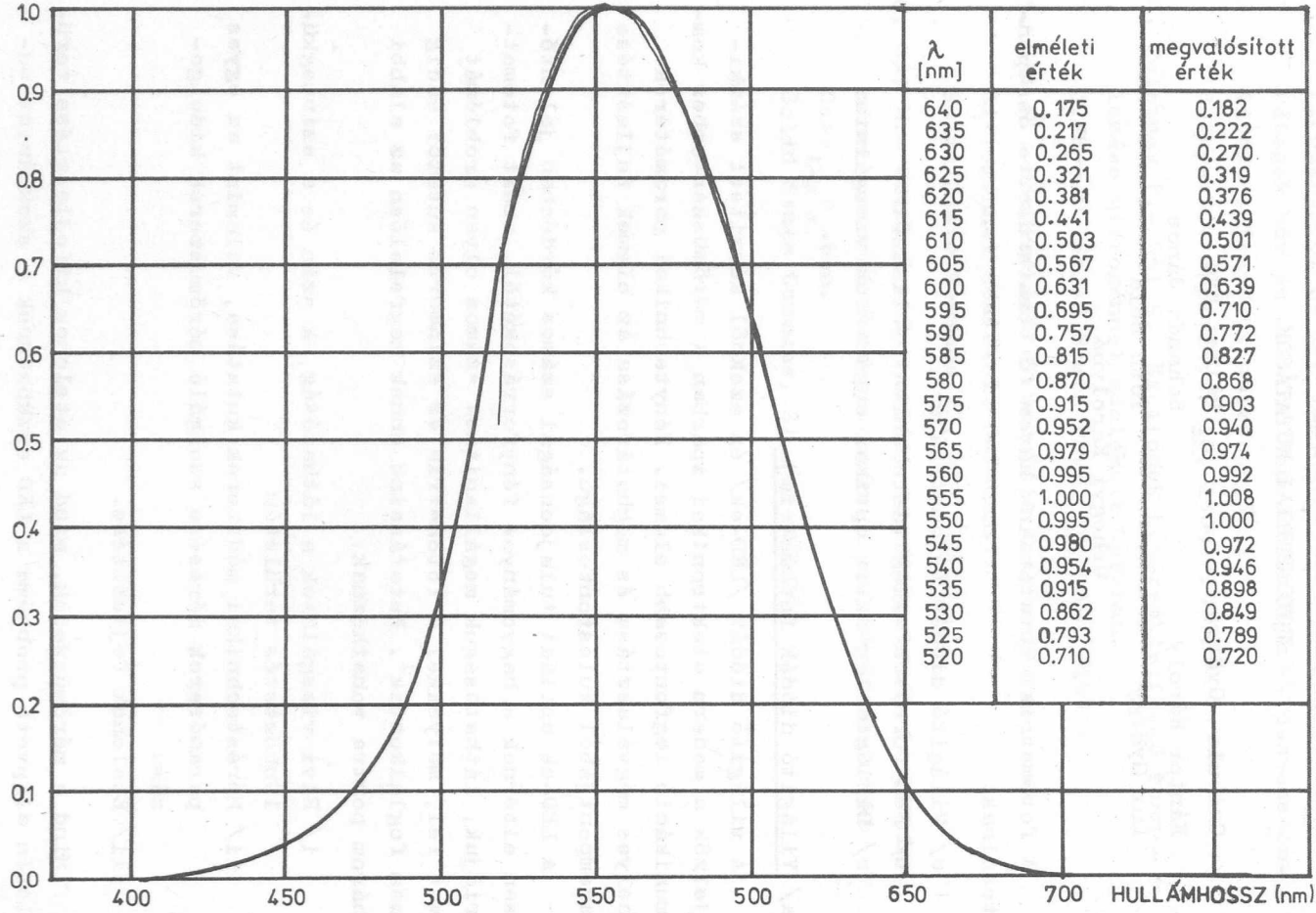
A világító diódák /LED-ek/ és ezekből készített számki-jelzők a modern elektronikai iparban a mérőműszer-ember kommunikáció legfontosabb elemei. Fénytechnikai paraméterek helyes megválasztása és meghatározása az elemek fejlesztése szempontjából kulcsfontosságú.

A LED-ek optikai tulajdonságai számos kérdésben jelentősen eltérnek a hagyományos fényforrásokétól, ezért fotometriájuk, láthatóságuk megállapítása számos olyan problémát vet fel, melyekkel a fotometria és szinmérés kutatói eddig nem foglalkoztak¹. Kutatásaink ennek megfelelően az alábbi három pontra vonatkoznak:

- i/ Elvi vizsgálatok a láthatóság, a szín és a szinmegkülönböztetés területén
- ii/ Méréstechnikai módszerek kutatása, valamint az egyes paraméterek mérésére szolgáló mérőműszerek kidolgozása
- iii/ Etalonok fejlesztése.

Mind a mérőműszerek, mind az etalonok kifejlesztése területén alapvető probléma a LED eszközöknek a szokványos sugárzóktól eltérő geometriája, nagyságrendekkel kisebb fény-

1. ábra. Zöld sárga LED-ek mérésére készült fotometriai
detektor érzékenységi görbeje.



ereje, valamint az a tény, hogy sugárzásuk igen szűk hullámhossztartományra korlátozódik. Ezen szempontok figyelembevételével fejlesztettük ki LED-fotométerünket, melynek főbb jellemzőit az alábbiakban foglaljuk össze:

- alkalmas fényerősség, fényáram, valamint fotonszám meghatározására,
- az egyes paraméterek szokványos geometriában történő meghatározására cserélhető mérőfejeket alkalmaztunk,
- az érzékelő nagypontosságú láthatósági illesztését automatikus cserélhető szűrőkombinációk biztosítják,
- a mérendő LED pozicionálására speciális mintatartó szolgál,
- az egyes fotometriai paraméterek számszerű értéke közvetlenül számkijelzőn leolvasható.

A LED fotométer egyik legkritikusabb pontja az objektív detektor, jelen esetben fotoelektronsokszorozó érzékenysége a láthatósági görbéhez való illesztése. E "szűrőillesztés" a fotometria és szinmérés más területén is alapvető, az eredményekről a b/ pont alatt számolunk be részletesen. Jelen helyen a LED fotometria speciális igényeinek megfelelő vörös-zöld tartományban igen nagy pontossággal illesztett szűrőkombinációk illesztési jóságát szeretnénk bemutatni. Az 1. ábra a teljes zöld-vörös szinképtartományban mutatja az elérendő és a megvalósított görbét. A LED-méréstechnika fontos láncszeme a stabil LED-dióda. Mint minden félvezető elem a LED is hőmérsékletfüggő, ezért etalon céljára csak hőmérsékletstabilizált LED-dióda használható. Az Intézetben kifejlesztett hőmérsékletstabilizált LED-diódával $\pm 0,5$ %-os reprodukciós pontosságú LED fotometria valósítható meg.

b/ A fényforrások világítástechnikai jellemzői

A fényforrásvizsgálatok területén a fényeloszlásmérés, a fény és szintani paraméterek meghatározása és szinviszáadás kérdéskörébe tartozó problémák álltak érdeklődésünk

középpontjában. A fényeloszlásmérés általában nagyméretű goniofotométerekkel történik. Az MFKI által kifejlesztett goniofotométer típusok speciálisan kiképzett optikai elrendezésű mérőfejek alkalmazásával lehetővé teszik a méréseknek a szokásosnál lényegesen kisebb méretű mérőberendezések segítségével történő elvégzését. Ugyanakkor a méretek csökkentése nem okoz szisztematikus hibát az eredményekben. Az 1977-es évben két goniofotométer tervei is elkészültek, melyek fényforrások és lámpatestek mérését teszik lehetővé. A berendezések építése folyamatban van.

Az összes fotometriai mérésnél fellép a fotodetektorok jellemzésének, optimális üzemeltetésének a kérdése², a színképi érzékenységek eloszlás meghatározásának, valamint a detektoroknak a láthatósági függvényhez való illesztésének problémája³.

A feladatot valamilyen detektor /fotoelektronsokszorozó, Si fényelem stb./ elé helyezett különböző spektrális áteresztésű üvegszűrőkkel lehet megoldani /ez kb. 4-5 tagú lehet/.

A különböző színesüvegekből készült szűrőkombináció eredő spektrális áteresztése a következő formában írható:

$$\tau(\lambda) = A \prod_{i=1}^n \tau_i^{h_i/h_{i0}}(\lambda, h_{i0})$$

ahol $\tau(\lambda)$ - az eredő spektrális áteresztés

A - interreflexiós állandó

$\tau_i(\lambda, h_{i0})$ - a h_{i0} vastagságú szűrő mért spektrális áteresztése

h_i - a szűrő vastagsága

h_{i0} - a $\tau_i(\lambda, h_{i0})$ mérésénél a szűrő vastagsága

A detektorból és a szűrőkből álló optikai elem eredő érzékenységek eloszlása:

$$s(\lambda) = s_0(\lambda) \times \tau(\lambda)$$

ahol $s_0(\lambda)$ - a detektor mért érzékenységek eloszlása.

A feladat egyik része olyan szűrőtípusok kiválasztása, melyekkel a legjobb eredményt érjük el, a következő lépés pedig a szűrők optimális vastagságának meghatározása. A szűrővastagságok értékét az alábbi feltételi egyenletből kapjuk:

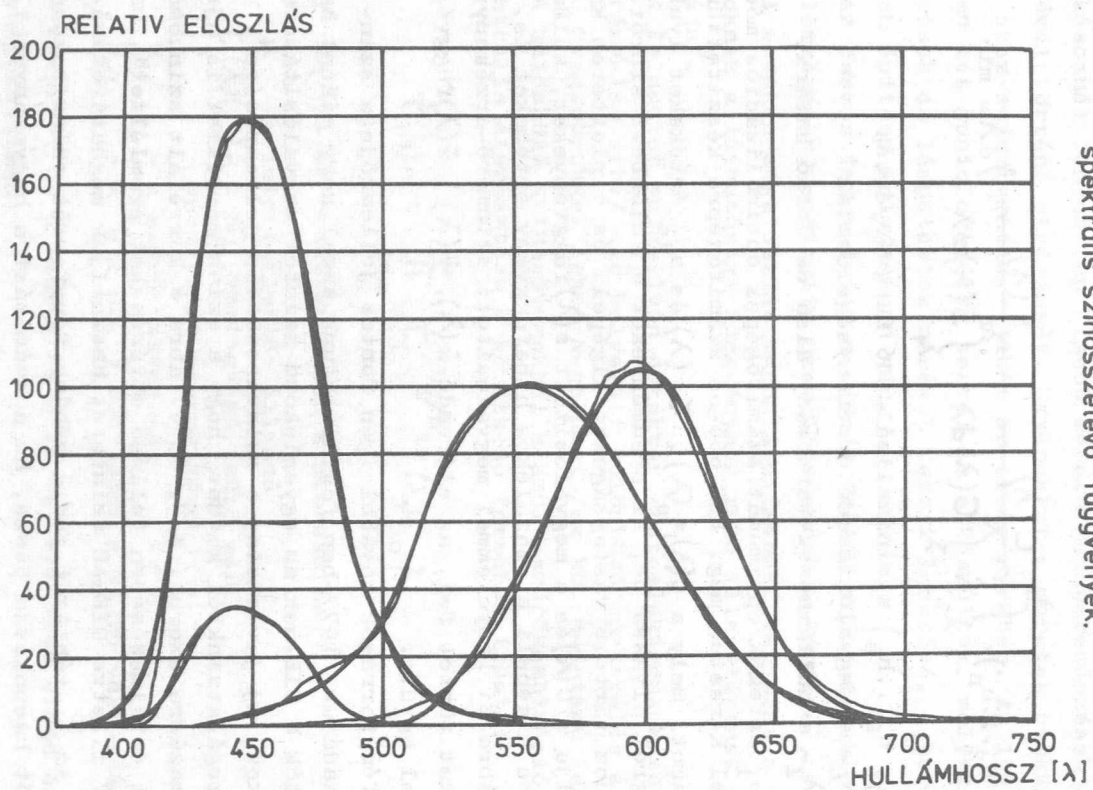
$$F(h_1, h_2 \dots h_n) = \int_{\lambda_1}^{\lambda_2} \left(\frac{C(\lambda)}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} C(\lambda) d\lambda} - \frac{S(\lambda)}{\int_{\lambda_1}^{\lambda_2} S(\lambda) d\lambda} \right) d\lambda = \min$$

- $F(h_1, h_2 \dots h_n)$ a minimalizálandó függvényérték
- $C(\lambda)$ - a megvalósítandó érzékenységeteloszlás
- λ_1, λ_2 - a hullámhossz tartomány alsó és felső határa.

A h_i értékek optimumát számítógépes optimalizációs módszerrel kerestük meg. EMG 666-os számítógépre készítettünk programot, mely a $C(\lambda)$, $s_o(\lambda)$, $\tau_i(\lambda)$ és h_{io} értékeket lyukszalagról olvassa be, az eredményeket a különböző szűrőtípusokhoz tartozó vastagságokat kigépelem és a plotteren kirajzolja a $C(\lambda)$ és a megvalósított $s(\lambda)$ függvényeket, külön kérésre kigépelem a százalékos hibafüggvény értékeket is. A 2. ábra Si fényelemmel megvalósított szinmérő-érzékenységgörbéket tüntet fel, az elérendő $\bar{x}(\lambda)$, $\bar{y}(\lambda)$, $\bar{z}(\lambda)$ függvényekkel együtt.

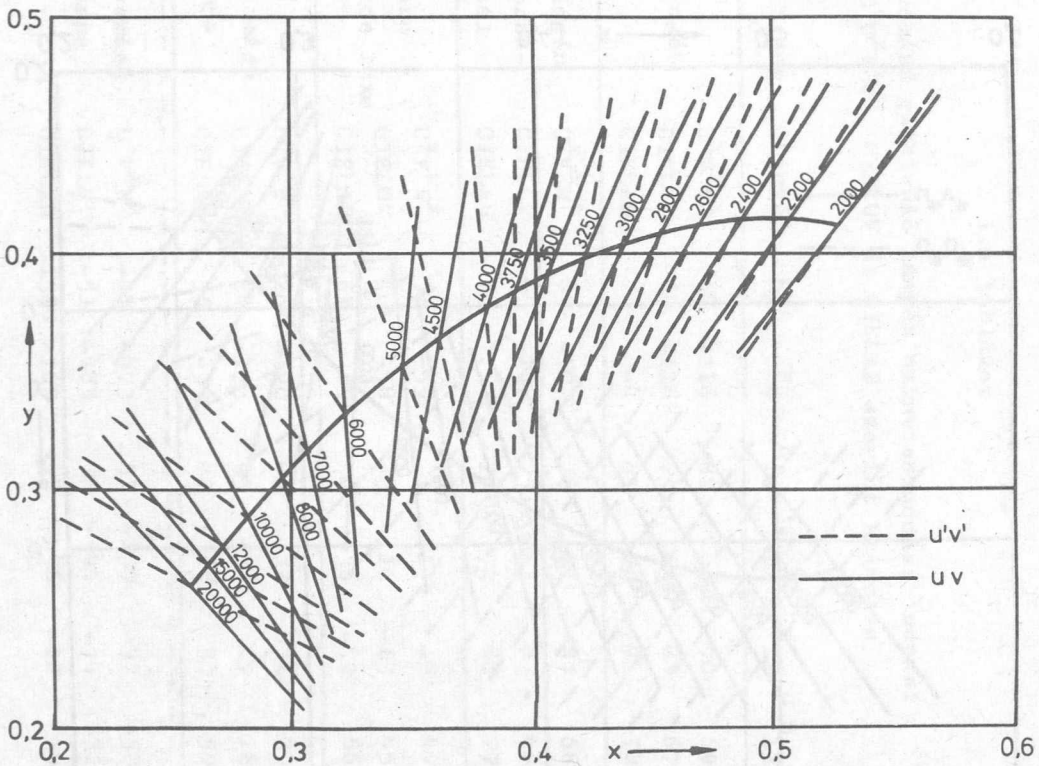
A fényforrások további igen fontos jellemzője a színvisszaadásuk. 1977-ben foglalkoztunk azzal, hogy miként használhatók a CIE-nek az egyenlőközű szintér megvalósítására vonatkozó új javaslatai a színvisszaadás jellemzésére⁴.

Vizsgálatainkból kitűnt, hogy a színhőmérséklet is újrafogalmazásra szorul. A 3. és 4. ábra a korrelált színhőmérséklet értelmezésében fellépő eltéréseket szemlélteti, ha a CIELUV illetve CIELAB szinteret használjuk meghatározásához⁵. Az 1. táblázat pedig néhány fényforrás színvisszaadási indexét hasonlítja össze, ha a számítást a hagyományos, illetve a két ujonnan javasolt rendszerben végezzük.

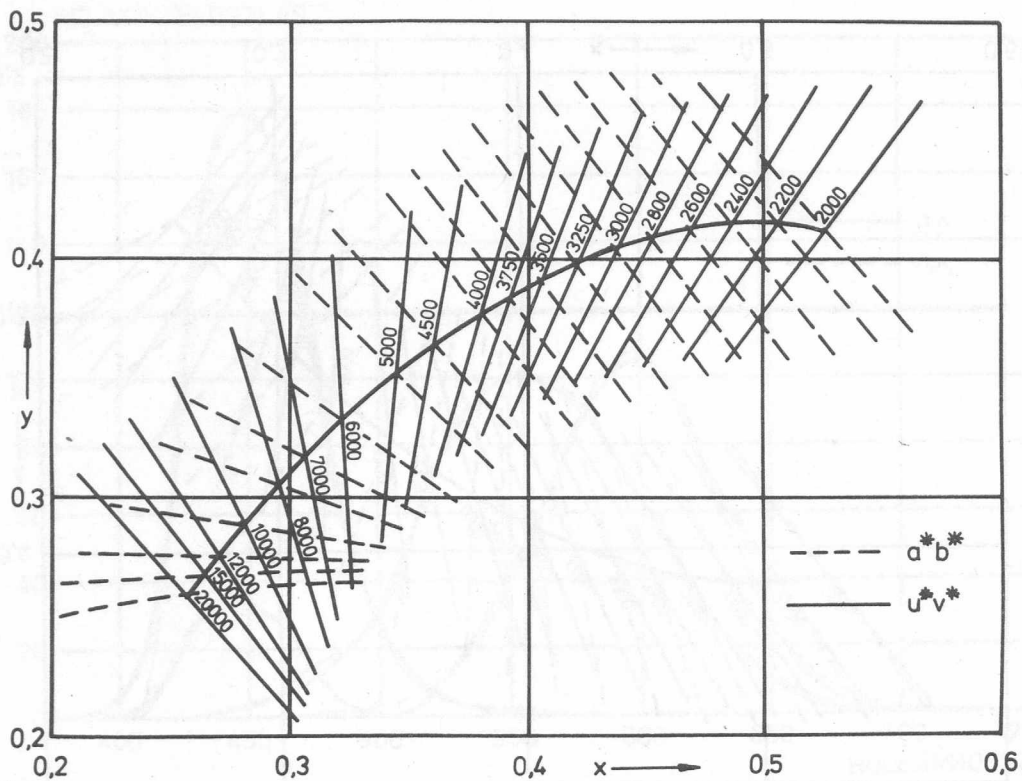


2. ábra. Si fényelemes színmérő színeképi megvalósított érzékenységgörbéi és az elméleti $x(\lambda)$, $y(\lambda)$, $z(\lambda)$, spektrális színösszetevő függvények.

3. ábra
Allandó korrelált színhőmérséklet vonalai
CIE 1960 UCS — és CIE 1976 UCS-----
színdiagram szerint számolva



4. ábra. Állandó korrelált színhőmérséklet vonalai
CIE 1960 UCS — és CIE LAB ----
színdiagram szerint számolva



1.a táblázat

Nagynyomású gázkisülő lámpák színvisszaadási indexei
CIE $U^xV^xW^x$, CIELUV és CIELAB szerint számolva

Lámpa típus	Szintér	R_a	R_9	R_{10}	R_{11}	R_{12}	R_{13}	R_{14}
Fémhalogén lámpa	$U^xV^xW^x$	64	-116	82	65	90	69	84
	CIELUV	64	-116	79	65	88	67	85
	CIELAB	78	-4	81	73	91	78	91
Fémhalogén fényporbe- vonattal	$U^xV^xW^x$	63	-107	78	61	87	68	86
	CIELUV	63	-107	75	61	83	66	87
	CIELAB	76	2	76	72	88	77	92
Hg, warm white de luxe	$U^xV^xW^x$	51	-59	1	17	-8	47	77
	CIELUV	46	-58	-5	16	-13	45	71
	CIELAB	55	19	6	36	-12	66	62
Nagynyomású Na lámpa	$U^xV^xW^x$	26	-190	46	-31	31	20	69
	CIELUV	24	-195	45	-35	27	18	68
	CIELAB	55	-39	47	18	30	59	78

Kisnyomású Na lámpa	$U^xV^xW^x$	-48	-473	33	-139	-37	-30	23
	CIELUV	-51	-485	31	-146	-44	-32	21
	CIELAB	-138	-100	-92	-46	-12	14	26

1. b. táblázat

Fénycsövek színvisztaadási indexei CIE $U^xV^xW^x$,
CIELUV és CIELAB szinterek szerint számolva

Lámpa típus	Szintér	R_a	R_9	R_{10}	R_{11}	R_{12}	R_{12}	R_{14}
Warm white de luxe	$U^xV^xW^x$	73	18	48	59	44	72	88
	CIELUV	71	19	45	59	41	71	86
	CIELAB	74	57	47	66	47	82	82
White	$U^xV^xW^x$	57	-100	36	31	40	52	94
	CIELUV	54	-103	33	30	38	51	92
	Cielab	67	-3	47	47	33	71	86
Natural	$U^xV^xW^x$	91	86	80	90	84	94	91
	CIELUV	88	97	73	90	79	93	86
	CIELAB	87	93	69	89	84	92	85
Cool white	$U^xV^xW^x$	64	-83	43	45	53	59	94
	CIELUV	61	-89	41	43	53	58	92
	CIELAB	72	3	57	54	44	74	89
Cool white de luxe	$U^xV^xW^x$	89	73	74	89	79	91	91
	CIELUV	86	78	70	89	76	90	88
	CIELAB	88	90	72	90	81	93	88
Soft white	$U^xV^xW^x$	91	63	84	90	89	94	94
	CIELUV	89	77	77	92	86	92	89
	CIELAB	89	88	73	91	87	91	88
Universal white	$U^xV^xW^x$	82	25	66	77	74	81	94
	CIELUV	89	25	64	76	74	81	92
	CIELAB	85	62	72	81	71	88	91
Daylight	$U^xV^xW^x$	74	-42	72	57	69	84	92
	CIELUV	69	-50	72	54	69	83	91
	CIELAB	78	22	80	58	58	90	92

b/ Biológiaiailag aktiv optikai sugárzások vizsgálata

Az optikai tartományba eső sugárzások hatására az élő szervezetek a sugárzás hullámhosszától függően reagálnak. Ezeket a biológiai válaszokat három fő csoportra oszthatjuk

- funkcionális /pl. látás, pigmentképződés, klorofillszintézis/
- terápiás /pl. bilirubinlebontás, baktericid hatás/
- káros /pl. eritém hatás/

Az egyes hatásmechanizmusok vizsgálatánál elsődleges a hatás erősségének a hullámhossz függvényében való meghatározása, ezt a függvényt biológiai hatásgörbének nevezzük. A természetes sugárzásokon kívül a különböző hatások elérésére mind a mindennapi életben, mind a gyógyászatban mesterséges sugárzókat alkalmaznak. Ezen sugárzókkal szemben támasztott követelmény, hogy a kívánt effektus biológiai hatásgörbéjének területén minél jobb hatásfokkal működjene, és minél kisebb legyen a nemkívánatos, illetve káros tartományba eső sugárzás. Kutatásunk jelen stádiumában a terápiás célokra használatos sugárzók vizsgálatával foglalkozunk. Ezek közül kiemelt jelentőségűek az UV sugárzók. Általában Hg gőzzel töltött gázkisülő lámpákat alkalmaznak, mivel ezeknek a színekpi teljesítményeloszlása a kívánt hatásnak megfelelően egyrészt a belső nyomással, másrészt adalékanyagokkal, illetve fényporbevonatokkal jól szabályozható.

Mind a sugárzók technológiai fejlesztésénél, mind a gyakorlati felhasználásuknál elengedhetetlen a sugárzás színekpi teljesítményeloszlásának meghatározása. Erre szolgálnak elsősorban a spektrometriai módszerek, melyeknek fejlesztése egyik kutatási területünk. Ezek a mérések azonban csak optikai laboratóriumi körülmények között végezhetők. Sorozatmérések végzésére kívánatos olyan mérőeszközök kifejlesztése, amelyek a különböző hatásgörbékhez illesz-

tett érzékenységi detektorral közvetlenül méri a hatásgörbe területére eső teljesítményt. Az Intézetben kifejlesztett mérőműszer cserélhető mérőfejekkel alkalmas a különböző biológiai hatások szerinti teljesítmény értékének közvetlen számkijelzésére, valamint hányadosmérő üzemmódban segédmérőfej alkalmazásával térbeli teljesítményeloszlások meghatározására. A speciális mérőfejek érzékelője Si fényelem.

Az egyes funkcióknak megfelelő szinképi érzékenységeloszlást szűrőkombinációk és hullámhosszkonverterek együttes alkalmazásával alakítottuk ki.

1. Schanda J.: LED mérések

Jelentés: CIE TC-1.2, Sept. 1977

2. Schanda J.: Szilárdtestszerkezetek fényelektromos tulajdonságai és alkalmazása.

Meghívott előadás: 5th International Conference on Photoelectrical and Optikal Properties, Varna, 9-12 May, 1977.

3. Eppeldauer G., - Gráner J. - Schanda J. - Vanyek U.M.: Fotodetektorok relativ spektrális érzékenységeloszlás mérése.

Appl. Optics, 16/1, 225-8, 1977

4. Schanda J.: A színvisszaadás meghatározás kérdése a CIE új szinkülönbség számítási előírásainak tükrében
Előadás: III. National Conference on Illumination, Warsaw, 1977. október 6-7.

5. Schanda J.: Korrelált színhőmérséklet számítása ΔE_{ab}^x szinkülönbség formulával

AIC COLOR 66 Kongresszus, Troy, N.Y. 1977. július 10-15

6. Schanda J. - Wágner P.Éva: A CIE $L^x u^x v^x$ és $L^x a^x b^x$ szinterek

Kolonizisztikai Értesítő, 1977/4. 186-195.

7. Kántor K. - Urhegyi K. - Schanda J. - Czibula Gy.:

Nagy hasznos felülettel rendelkező fényeloszlásmérő
goniométer

Szolg. találmány 1977. jún. 21.

8. Schanda J. - Mészáros M.: Szinkülönbségek értékelése
a CIELAB és CIELUV szinterében.

Mérés és Automatika, 25/9, 350-6, 1977.

9. Eppeldauer Gy. - Schanda J. - Lux Gy.: Berendezés szín-
összetevők és szinkoordináták meghatározása
M.Sz. 168.258

ELEKTRONIKAI KUTATÁSOK

Borody Huba

Brósz Róbert

Eppeldauer György

Gráner János

Lánc József

Németh Károly

Az intézeti elektronikai kutatások 1977-ben automatikus mérésadatgyűjtés és adatfeldolgozás területén mozogtak. Az Intézet számos feladata csak úgy oldható meg, ha az általános használatú mérőműszereket célműszerekkel egészítjük ki, az egyes berendezések összekapcsolására, vezérlésére célberendezéseket dolgozunk ki. Az alábbiakban néhány ilyen vezérlő, adatgyűjtő és speciális mérést lehetővé tevő rendszerünket ismertetjük.

1. Precíziós hőmérsékletszabályozó

A készülék alkalmas laboratóriumi, kísérletező munkáknál felmerülő nagy pontossági és reprodukálhatósági igényeket támasztó hőkezelési vagy mérési feladatok megoldására. Többféle változatban készül:

- időben lineárisan változtatható referencia feszültséggel
- időben lineárisan változtatható hőmérséklettel
- fel és lefűtési határ beállíthatósággal
- különböző termoelem érzékelőkhöz.

Főbb jellemzők:

Hőmérsékletstabilitás: $\pm 0,5^\circ \text{C/nap}$, $\pm 1^\circ \text{C/hét}$

Hőmérséklet reprodukálhatósága: $\pm 1^\circ \text{C}$

Fel- és lefűtési sebességek: $0,01 \dots 20^\circ \text{C/perc}$

Kimeneti teljesítmény: $0 \dots \text{max } 10 \text{ kW}$

Kimeneti feszültség: $0 \dots 220 \text{ V}$, a maximum korlátozható.

2. Digitális termométer

Nagy stabilitású és felbontóképességű hőmérsékletmérő készülék igényes félvezetőtechnológiai folyamatok ellenőrzésére.

Főbb műszaki adatok:

Hőmérséklet-tartomány:	0 ... + 1600° C
Érzékelő:	PtRh - Pt elem
Beépített hidegpont-kompenzáció	
Felbontóképesség:	0,1° C
Stabilitás:	jobb, mint 0,5° C/hó

3. Feszültség ramp generátor

Félvezető minták vizsgálatához és egyéb mérési feladatokhoz szükséges ramp generátor.

Műszaki adatok:

Beállítható indulási és megállási feszültség szint:

0 ± 20 V-os tartományban

Kimeneti feszültség: ± 20 V

Kimeneti áram: max 20 mA

Feszültség változási sebesség: 20 mV/s ... 2 V/s

A generátor ESZR kártyás kivitelben készült és illeszkedik az Elektronikai Osztály által tervezett univerzális rendszerhez.

4. Nagyteljesítményű feszültség és áram ramp generátor

A generátor impatt diódák vizsgálatához készült.

Műszaki adatok:

Kimeneti feszültség: max 190 V

Kimeneti áram: max 150 mA

Feszültség illetve áram változási sebességek:

150 mV/s ... 15 V/s illetve 150 µA/s ... 15 mA/s

A készülék beállítható szintű áram- illetve feszültségkorlátozó áramkörrel rendelkezik.

5. Sweep generátor

A berendezést a Fémfizikai Főosztály részére készítettük lemez vizsgálatokhoz.

Főbb műszaki adatok:

Frekvenciatartomány: 0 - 100 kHz

Folyamatos és indított üzemmód

Külső - belső ramp

Szinuszos és négyszögjel kimenetek

6. Analóg négyzetreemelő

A műszert a Félvezető Főosztály részére készítettük.

Főbb műszaki adatai:

Maximális bemenőfeszültség: ± 100 mV

Méréshatárok: 10, 30, 100 mV

Bemenet: szimmetrikus

Bemenő ellenállás: $2\text{ M}\Omega$

Kimenet: ± 10 V max ($R > 2\text{ k}\Omega$)

Tápellátás: 220 V 50 Hz

7. Analóg szorzó

A műszer a Félvezető Főosztály részére készült.

Főbb műszaki adatai:

Maximális bemenő feszültség: ± 5 V /mindkét bemeneten/

Méréshatárok: 5; 15; 50; 150; 500 mV;
1,5; 5 V mindkét bemeneten

Bemenetek: szimmetrikusak, $R_{be} = 2\text{ M}\Omega$

Kimenet: max ± 10 V ($R > 2\text{ k}\Omega$)

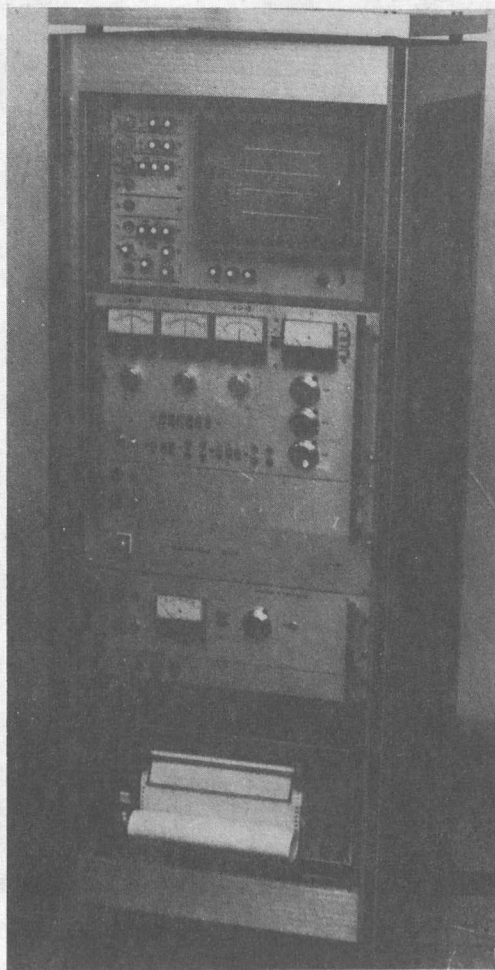
Tápellátás: 220 V 50 Hz

8. Hányadosképző és logaritmáló berendezés

A készülék két egyenfeszültség (X és Z) hányadosát képezi és előállítja a hányados logaritmusát. A berendezés helyes működéséhez a bemenő jeleknek a következő feltételeket kell kielégíteni: $1\text{ V} < X < 10\text{ V}$, $1\text{ V} < Z < 10\text{ V}$ és $Z > X$.

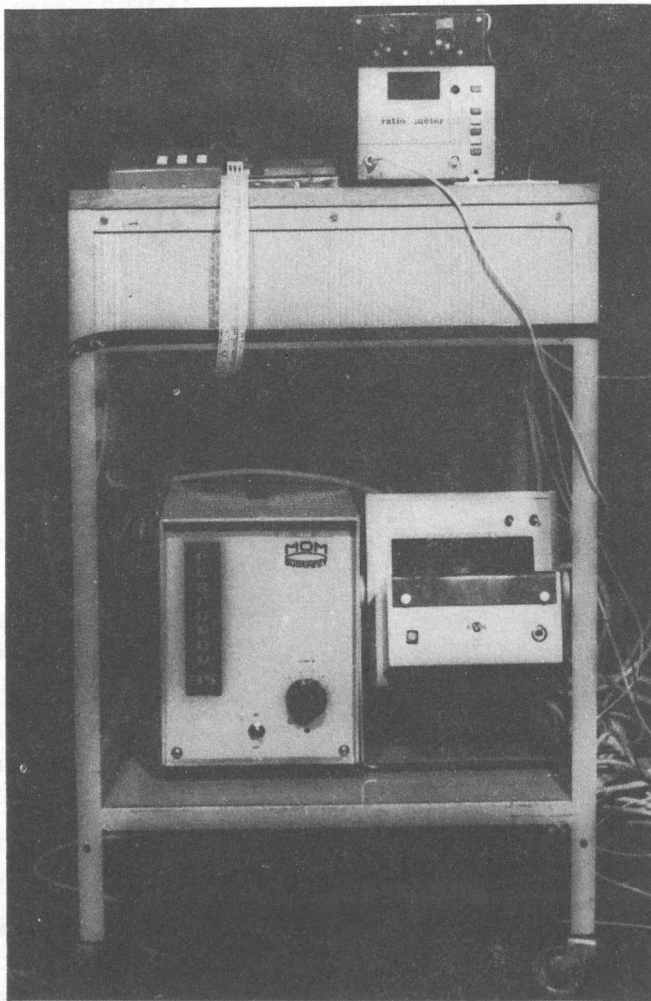
9. Egy- és háromcsatornás magnifesz

A mágneses elven működő mechanikai feszültség-mérő műszer egy- és háromcsatornás változata hidegen hengerelt lemezek hengerlés közbeni mérését szolgálja. A berendezés mérőfejeit a Fémtani Főosztályon készítették. A műszer a Dunai Vasműben kerül alkalmazásra.



10. a/ Digitális hányadosképző /ratio meter /

b/ Szalaglyukasztó interface



a/ Digitális hányadosképző /ratio meter /

Számláló bemenet: 0 ... 2 V
 Nevező bemenet: 0,1 ... 1 V
 Kimenet: BCD és 3 1/2 számjegyes 7 szegmenses világító
 diódás kijelző
 Mintavételezési idő: 0,5 s
 Pontosság: $\pm 0,1 \% \pm 1/2$ digit
 Mérési mód: pillanat-érték mérő
 Távvezérlési lehetőség
 Számnyomtatóhoz és szalaglyukasztóhoz interface egységgel ellátott.

b/ Szalaglyukasztó interface

Bemenet: 4 dekád párhuzamos BCD és előjel kód, vagy
 eredmény azonosító jelkód
 Kimenet: standard paritás bites ASC II kód TTL szinten
 és Perfromom 35-höz illesztett logikai szinteken.

11. Monokromátor hullámhosszléptető és mérésvezérlő egység

A berendezés motoros forgatómechanizmusa képes a monokromátor hullámhosszdoobját egy adott helyzetből léptetni, beállítható lépésközökkel. A helyzetbeállítás után mérésindító impulzust ad ki. Új helyzet felvétele a mérőberendezés "kész" impulzusára történik.

12. MNOS memória eszközöket vizsgáló készülék

Nagyszámú minta egyidejű automatizált mérését teszi lehetővé a készülék.

A készülék 28 MNOS FET vizsgálatát végzi egyszerre. A különböző üzemmódokban lehetséges valamely kiválasztott mintán végzett sorozatmérés vagy az összes minta egymásutáni letapogatása és mérése. A készülék a mért adatokat lyukszalagra viszi, amely lehetővé teszi a számítógépes kiértékelést.

13. Effektív W - A - V konverter

A készülék villamos-teljesítmény, áram vagy feszültség valódi effektív értékével arányos kimeneti feszültséget állít elő.

Műszaki adatok:

Feszültség-mérési tartomány:	$4 V_{\text{eff}} \dots 600 V_{\text{eff}}$ végkitérés /átkapcsolható/
Áram-mérési tartomány:	$0,3 A_{\text{eff}} \dots 30 A_{\text{eff}}$ /átkapcsolható/
Teljesítmény-mérési tartomány:	$0,9 W \dots 18 kW$ /átkapcsolható/
Pontosság:	0,2 %
Felső határfrekvencia:	1 kHz

14. Hálózatfüggetlen tápegység

A tápegység a Szerkezetkutatási Főosztály részére készült.

Főbb műszaki adatok:

Kimenő feszültség:	5 - 100 V egyenfeszültség
Kimenő áram:	max 100 mA
Tápellátás:	1 db 80 R15-ös anódtelep

15. Csilllogásmérő

A műszert a BUDALAKK megbízásából készítettük lakkok, festékek és zománcok csilllogásának mérésére.

Főbb jellemzői:

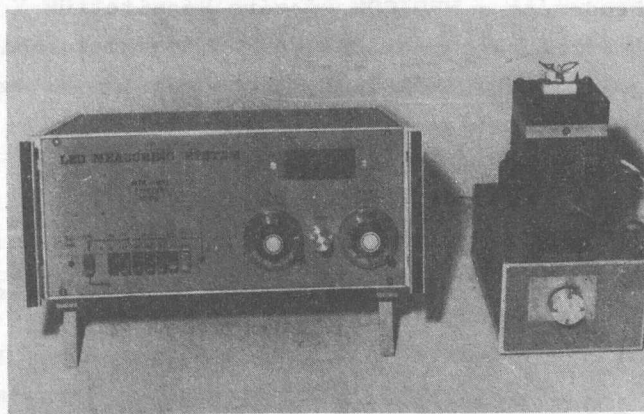
20° és 60°-os geometriájú mérőfej /egybeépítve/, szilárdtest fényforrásokkal és érzékelőkkel. Két további hányszórási üzemmód a szelektivitás fokozására fényesítő felületek esetén.

16. LED mérő

A világító diódák fotometriai jellemzőinek mérésére szolgáló berendezéseket szovjet megrendelésre készítettük.

Mérési tartományok:

Fényerősség:	0 - 199,9 mCd
Fényáram:	0 - 199,9 mLm
Fotonáram:	10^{-13} - 10^{-16} N·s ⁻¹



17. 5 csatornás LED égető készülék

A cél olyan készülék létrehozása volt, amely alkalmas LED és egyéb minták áramgenerátoros üzemmódú égetésére.

Műszaki adatok:

Kimeneti áram: átkapcsolható 10 mA, 100 mA, 1 A végkiterés, ezen belül folyamatos állíthatóság.

Stabilitás: 0,1 %

Kimeneti feszültség: max 10 V

A generátor Boda János szigorló villamosmérnök hallgató közreműködésével készült el, akinek ez a feladat a szakdolgozata is volt.

18. Preciziós luxmérő I.

A berendezést az OMH részére készítettük V / λ / illesztett, Peltier-elemmel 25°C-ra hőmérsékletstabilizált mérőfejjel.

<u>Mérési tartományok:</u>	20,00 lux
	200,0 lux
	2000 lux

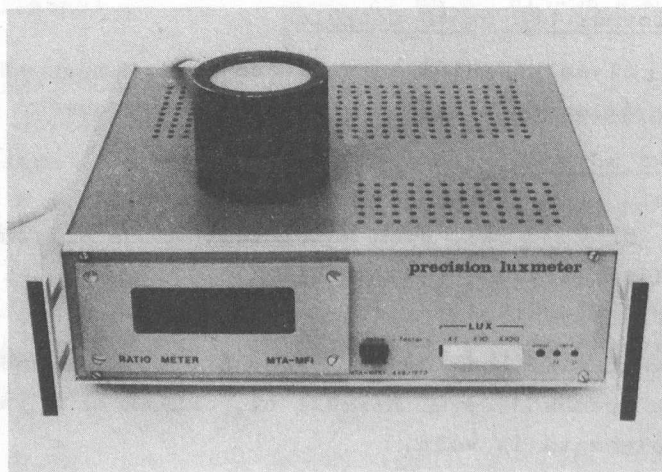
19. Preciziós luxmérő II.

A berendezést a MEDICOR részére készítettük V / λ / illesztett, Peltier-elemmel 25°C-ra hőmérsékletstabilizált mérőfejjel továbbá "kék-lux", inhomogenitás és színhőmérsékletmérő fejekkel.

<u>Mérési tartományok:</u>	200,0 lux	
	2000 lux	
	20000 lux	
	2000 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$	"kék lux"
	20000 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$	"-"
	200000 $\mu\text{W}/\text{cm}^2$	"-"

0,1 % - 100 % homogenitás

2000 - 8000 K színhőmérséklet



AZ ALACSONYHŐMÉRSÉKLETŰ MÉRÉSEK LABORATÓRIUMÁNAK TEVÉKENYSÉGÉRŐL

Kapitány Péter

A laboratóriumunk az Intézet egyik központi szolgáltató egysége, amelyben egy mérnök és 4 technikus biztosítja az alacsony hőmérsékleten való mérés technikai feladatait.

Azokhoz a mérésekhez, amelyek nem a laboratóriumban folynak, a laboratórium csupán a cseppfolyós nitrogént állítja elő a 2 db, egyenként 6 liter/óra teljesítményű, PLN 106 típusjelzésű Philips gyártmányú berendezéssel.

A laboratóriumban egy héliumcseppfolyósító és 3 db héliumkriosztát is van. A cseppfolyós hélium előállítását a cseh Ferox-cég ZH9 típusu, 9 liter/óra teljesítményű berendezésével történik. Mindegyik kriosztátot az angol Oxford Instruments Co cégtől szereztük be. A kriosztátok üzemeltetését a laboratórium dolgozói látják el és egyben közreműködnek az egyes mérések technikai kivitelezésében is.

A Q 1486 típusszámú kriosztát szupramágneses, a vele elérhető maximális térerősség 5 tesla, a hőfoktartománya 1,8-300 K. A fémek és a félvezetők mágneses ellenállásának változásait mértük elsősorban vele.

A CF 204 kriosztát optikai mérésekhez szolgál. Gázáramlásos típus, hőfoktartománya 1,8-300 K. Elsősorban a félvezetők foto- és elektrolumineszcens vizsgálataira használtuk.

Az MD4A típusszámú kriosztát mágneses és optikai mérésekre alkalmas. Hőfoktartománya 1,8-300 K. Főleg a félvezető anyagokban levő mélynívók energiaspektrumának a meghatározásához használtuk.

A KISÉRLETI ESZKÖZGYÁRTÓ OSZTÁLY MUNKÁJÁRÓL

Reisinger György

A Kísérleti Eszközugyártó Osztály az Intézet egyik kiszolgáló egysége. Az osztály feladata a kutatási főosztályok, osztályok és laboratóriumok mechanikai és üvegtechnikai kísérleti eszközökkel való ellátása.

Az osztály feladatai az alábbiak szerint csoportosíthatók:

- Kísérleti eszközök készítése, melyeket a kutatások illetve a mérések során közvetlenül alkalmaznak.
- Kiszolgáló eszközök készítése, melyek a kutatási és mérési folyamatok megkönnyítésére, illetve gyorsítására szolgálnak.
- Meglévő kísérleti eszközök átalakítása új kutatási és mérési folyamatokhoz.
- Kísérleti és kiszolgáló eszközök időszakos karbantartása.
- Az alkalmazás és a kísérletek során meghibásodott kísérleti vagy kiszolgáló eszközök kijavítása és az üzemzavar azonnali elhárítása.
- A Műszaki Osztály és a Hideglabor részéről igényelt - gyors hibaelhárításhoz szükséges - munkák biztosítása.

Az osztályunk három részből áll:

- I. A tervező, szerkesztő részlegben egy mérnök és három technikus dolgozik.
- II. A műszerész részlegben 10 mechanikai szakmunkás állítja elő a berendezéseket, eszközöket, alkatrészeket és tartozékokat a megfelelő univerzális forgácsoló gépekkel.
- III. Az üvegtechnikai részlegben 3 üvegtechnikus kvarcból és keményüvegből állít elő üvegeszközöket, tartozékokat.

Kétkristályos röntgentopográfias kamra

Készült a Szerkezetkutatási Főosztály részére.

Alkalmazási területe: Egykristályok hibaszerkezetének a vizsgálata. Legnagyobb vizsgálható kristályátmérő: 50 mm. A második kristálytartó kézi és motorikus forgatásu. A motorikus forgatás sebessége $0,01^{\circ}$ /perc. A forgatásról azonosító jel vehető le. A második kristálytartó egyenesvonalu mozgásának uthossza 10–50 mm, amely fokozatnélkül állítható. A mozgás meghajtása mindkét irányban motorikus, 3 sebességfokozatu 10 mm/perc; 0,33 mm/perc; 0,033 mm/perc. Az előre beállított program szerint a sebesség és irányváltás automatikus. Felszerelhető detektor: GM cső vagy szcintillációs cső. Tartozékok: 1200 mm-es kollimátorcső, különféle rések, filmtartó kazetták, kristálytartók.

Vákuumtermostát

Készült a Félvezető Főosztály részére.

Alkalmazási terület: Gunn-diódák vizsgálata.

Végvákuum: 10^{-3} Hgmm.

Hőmérséklettartomány: -200°C — $+100^{\circ}\text{C}$ -ig.

Hangolócsavar kivezetve, mikrométer leolvasással.

Polirozógép

Készült a Fémkutatási Főosztály részére.

Alkalmazási terület: Csiszolatok készítése, kristályszeletek polirozása, mikroszkópos vizsgálatokhoz. Az asztal fordulatszámai: 25; 50; 100 perc⁻¹, átmérője: 200 mm.

A lengőkar hossza: 200 — 260 mm, fokozatnélkül állítható
kilengése: 0° — $+25^{\circ}$, fokozatnélkül állítható.

A lengő /ide-oda/ mozgásának ideje: 2,152 sec; 1576 sec;
0,788 sec.

A lengőkaron elhelyezhető súly: 4 db x 1,75 kp.

CF 204 Héliumkriosztát állító szerkezet

Készült az Optikai-Elektronikai Főosztály részére.

Alkalmazási terület: Félvezetők és félvezetőlézerek optikai vizsgálata.

A kriosztát állítási lehetősége:

Hosszirányban: Durva állítás 0 — 200 mm, fokozatnélkül állítható. A durva állításon belül finom állítás ± 5 mm, mikrométer leolvasással.

Keresztirányban: Durva állítás 0 — 100 mm, fokozatnélkül állítható. A durva állításon belül finom állítás ± 5 mm, mikrométer leolvasással.

Magasságirányban: 0 — 10 mm, mikrométer leolvasással.

Elfordítás: 0° — $\pm 15^\circ$ fokozatnélkül állítható.



V. 17.

